

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ  
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ  
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»  
Інженерно-фізичний факультет  
Кафедра фізики металів**

«До захисту допущено»  
В. о. завідувача кафедри  
\_\_\_\_\_ Іващенко Є.В.  
« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ р.

**Дипломна робота  
на здобуття ступеня бакалавра  
з напрямку підготовки 6.050403 «Інженерне матеріалознавство»  
на тему: «Термічна стабільність фазового складу та електрофізичні  
властивості вакуумно-конденсованих шарів Cu/Cr/Ni»**

Виконав:

студент IV курсу, групи ФІ-51-1

Олексієнко Денис Русланович

Керівник:

доц., к.т.н. Котенко І. Є.

Консультант з питань нормоконтролю:

ас. Шаповалова Н.А.

Консультант з економічно-організаційної частини:

к.е.н., ст. викладач Нараєвський С.В.

Консультант з охорони праці:

д.т.н., професор Левченко О.Г.

Рецензент:

д.т.н., професор Хижняк В.Г.

Засвідчую, що у цій дипломній  
роботі немає запозичень з праць  
інших авторів без відповідних  
посилань.

Студент \_\_\_\_\_

Київ – 2019 рік

**Національний технічний університет України**  
**«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»**  
**Інженерно-фізичний факультет**  
**Кафедра фізики металів**

Рівень вищої освіти – перший (бакалаврський)

Напрямок підготовки (програма професійного спрямування) – 6.050403  
«Інженерне матеріалознавство»

ЗАТВЕРДЖУЮ

В. о. завідувача кафедри

\_\_\_\_\_ Іващенко Є.В.

«\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ р.

**ЗАВДАННЯ**

**на дипломну роботу студенту**

**Олексієнко Денису Руслановичу**

1. Тема роботи «Термічна стабільність фазового складу та електрофізичні властивості вакуумно-конденсованих шарів Cu/Cr/Ni», керівник роботи доц., к.т.н. Котенко І. Є., затверджена наказом по університету від «27» травня 2019 р. № 1408

2. Термін подання студентом роботи

\_\_\_\_\_

3. Вихідні дані до роботи

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

4. Зміст роботи

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

5. Перелік ілюстративного матеріалу (із зазначенням плакатів, презентацій тощо)

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

## 6. Консультанти розділів роботи\*

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Економічно-організаційний	к.е.н., ст. викладач Нараєвський С.В		
Охорона праці	д.т.н., професор Левченко О.Г.		

7. Дата видачі завдання \_\_\_\_\_

## Календарний план

№ з/п	Назва етапів виконання дипломної роботи	Термін виконання етапів роботи	Примітка
1	Видача завдання		
2	Огляд літератури		
3	Освоєння методик дослідження		
4	Виконання експериментальних досліджень		
5	Отримання результатів, їх аналіз		
6	Оформлення дипломної роботи		
7	Попередній захист		
8	Захист на засіданні ЕК		

Студент

Олексієнко Д.Р.

Керівник роботи

Котенко І.Є.

---

\* Якщо визначені консультанти. Консультантом не може бути зазначено керівника дипломної роботи.

## РЕФЕРАТ

Дипломна робота: 73 с., 27 рис., 13 табл., 42 джерела.

НАНОРОЗМІРНІ ШАРИ, МАСОПЕРЕНЕСЕННЯ, ПОВЕРХНЕВА СЕГРЕГАЦІЯ, РАДІАЦІЙНІ ДЕФЕКТИ, ТОНКОПЛІВКОВА СИСТЕМА, ФАЗОВИЙ СКЛАД, ВАКУУМНЕ ОСАДЖЕННЯ, ЕЛЕКТРОНОГРАФІЯ, ЕЛЕКТРОННА МІКРОСКОПІЯ, Cu/Cr/Ni, РЕЗИСТОМЕТРІЯ

Об'єкт дослідження – фазові перетворення та електрофізичні властивості вакуумно-конденсованих шарів Cu/Cr/Ni при відпалі.

Мета роботи – дослідження особливостей фазового складу структури наночислової композиції Cu/Cr/Ni до та після відпалу у вакуумі.

Методи дослідження – термічне випаровування, метод інтерференції, електронографія, резистометрія, вторинно-іонна мас-спектрометрія.

Дослідження фазових перетворень в шарах нанометрових діапазонів є актуальною проблемою для вирішення поставлених задач матеріалознавства, а саме – покращення робочих характеристик мікроприладів та покращення температурно-часового інтервалу їх роботи.

Було проведено дослідження фазових перетворень тришарової системи Cu/Cr/Ni при різних температурах у вакуумі та показано, що ця тонкоплівкова система проявляє високу стабільність структури та фазового складу у температурному режимі 20 °C – 600 °C і може бути застосована у якості контактів в мікроелектронних приладах та комутаційних апаратів, що працюють у високонапружених мережах.

## **ABSTRACT**

Diploma: 73 pg., 27 pic., 13 tabl., 42 sources.

NANO-DIMENSIONAL LAYERS, MASS-TRANSMISSION, SURFACE SEGREGATION, RADIATION DEFECTS, NANOMETER SYSTEM, PHASE COMPOSITION, VACUUM PRECIPITATION, ELECTRONOGRAPHY, ELECTRONIC MICROSCOPY, Cu/Cr/Ni, RESISTOMETRY

The object of research is phase transformation and electrophysical properties of vacuum-condensed layers of Cu/Cr/Ni during annealing.

The purpose of the work is to study the peculiarities phase composition of the structure Cu/Cr/Ni nanoparticle composition before and after annealing in a vacuum.

Methods of research – thermal vaporation, interferential method, electronography, resistometry, secondary-ion mass spectrometry.

Investigation of phase transformations in layers of nanometer ranges is an urgent problem for solving the problems of material science, namely, improving the performance of micro devices and improving the temperature-time interval of their work.

The phase transformations of the three-layer Cu/Cr/Ni system at various temperatures in a vacuum were investigated and it was shown that this thin film system exhibits high stability of the structure and phase composition in the temperature regime of 20 °C to 600 °C and can be used as contacts in microelectronic devices and switching devices operating in high voltage networks.

## Зміст

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ.....	8
ВСТУП .....	9
1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД .....	10
1.1 Діаграма стану системи Ni/Cu .....	10
1.2 Діаграма стану системи Cr/Cu .....	12
1.3 Дифузія у тонкоплівковому стані .....	14
1.4 Особливості масоперенесу компонентів системи Cu/Cr/Ni.....	20
1.5 Висновки до розділу 1 .....	24
2 МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕННЯ.....	25
2.1 Отримання вакуумних-конденсатів методом термічного випаровування .....	25
2.2 Визначення товщини отриманих металевих шарів .....	27
2.3 Дослідження фазового складу та мікроструктури методом дифракції електронів високої енергії .....	29
2.4 Резистометричний метод дослідження .....	30
2.5 Визначення пошарового розподілу компонентів методом вторинно-іонної мас-спектрометрії (ВІМС).....	32
2.6 Висновки до розділу 2 .....	34
3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА .....	35
3.1 Визначення сталої електронографу .....	35
3.2 Дослідження фазових перетворень методом дифракції електронів високої енергії .....	37
3.3 Вимірювання питомого опору досліджуваної системи .....	41
3.4 Визначення пошарового розподілу компонентів досліджуваної системи методом ВІМС .....	42
3.5 Висновки до розділу 3 .....	45
4 ОРГАНІЗАЦІЙНО-ЕКОНОМІЧНА ЧАСТИНА.....	46
4.1 Науково-технічна актуальність теми дослідження .....	46
4.2 Мета та завдання НДР .....	46
4.3 Розрахунок планової собівартості НДР .....	47
4.3.1 Витрати на оплату праці.....	47

4.3.2 Відрахування до єдиного внеску .....	49
4.3.3 Вартість спеціального устаткування.....	49
4.3.4 Витрати на спеціальне обладнання .....	51
4.3.5 Вартість послуг сторонніх організацій.....	51
4.3.6 Визначення витрат на службові відрядження.....	51
4.3.7 Інші прямі невраховані витрати .....	51
4.3.8 Розрахунок накладних витрат.....	51
4.3.9 Визначення планової калькуляції собівартості НДР.....	52
4.4 Розрахунок показників економічної ефективності.....	53
4.5 Висновки до розділу 4 .....	56
5 ОХОРОНА ПРАЦІ .....	57
5.1 Правові та організаційні основи охорони праці .....	57
5.2 Аналіз параметрів приміщення .....	58
5.3 Аналіз освітленості приміщення .....	60
5.4 Аналіз впливу шуму та вібрацій.....	61
5.5 Електробезпека в лабораторії .....	62
5.6 Пожежна безпека.....	63
5.7 Висновки до розділу 5 .....	65
ВИСНОВКИ.....	66
CONCLUSIONS.....	68
ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАННЯ .....	70

## **ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ**

ОЦК – об’ємо-центрована кубічна решітка

ГЦК – гранецетрована кубічна решітка

ПЕМ – просвічуючий електронний мікроскоп

ВІМС – вторинно-іонна мас-спектрометрія

ВЕП – вторинно-електронний помножувач

ВУП – вакуумно-універсальний пост



## ВСТУП

Сучасні тонкоплівкові композити використовуються у якості контактів мікроелектронних приладів та комутаційних апаратів, а також у материнських платах сучасних комп'ютерів та конденсаторів високої ємності. Проте наявність дефектів будови тонких шарів та процесів масопереносу субмікронних та нанометрових багат шарових композицій заважає широкому їх застосуванню, також не можна ігнорувати збільшення густини електричного струму та тепловиділення при зменшенні розмірів нан шарових композицій, що призводить до прискореного процесу руйнування шарів системи.

Тому дослідження електрофізичних властивостей та фазових перетворень у шарах нанометрових діапазонів є актуальною проблемою у вирішенні задач матеріалознавства таких як збільшення температурно-часового інтервалу роботи та збереження робочих характеристик мікроприладів.

Суть даної роботи полягає у дослідженні термічної стабільності фазового складу та електрофізичних властивостей вакуумно-конденсованих шарів Cu/Cr/Ni.

Для досягнення заданої мети потрібно вирішити ряд наступних задач:

- 1) проведення аналізу та опрацювання літературних джерел по дослідженню тонкоплівкових структур Cu/Cr/Ni;
- 2) вивчення та освоєння методики отримання, обробки та дослідження термооброблених тонкоплівкових структур;
- 3) дослідження та опис структурно-фазових перетворень нанометрових структур Cu/Cr/Ni;
- 4) аналіз результатів та формування висновків щодо термічної стабільності.

# 1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

## 1.1 Діаграма стану системи Ni/Cu

Діаграма стану системи мідь-нікель представляє собою систему із неперервним рядом твердих розчинів із гранецентрованою кристалічною решіткою. На рисунку 1.1 наведені результати експериментальних досліджень методом мікро рентгеноспектрального аналізу, що добре співпадають із методами термічного та металографічного аналізу [1]. У твердому стані проходять перетворення, пов'язані із магнітним перетворенням нікелю.

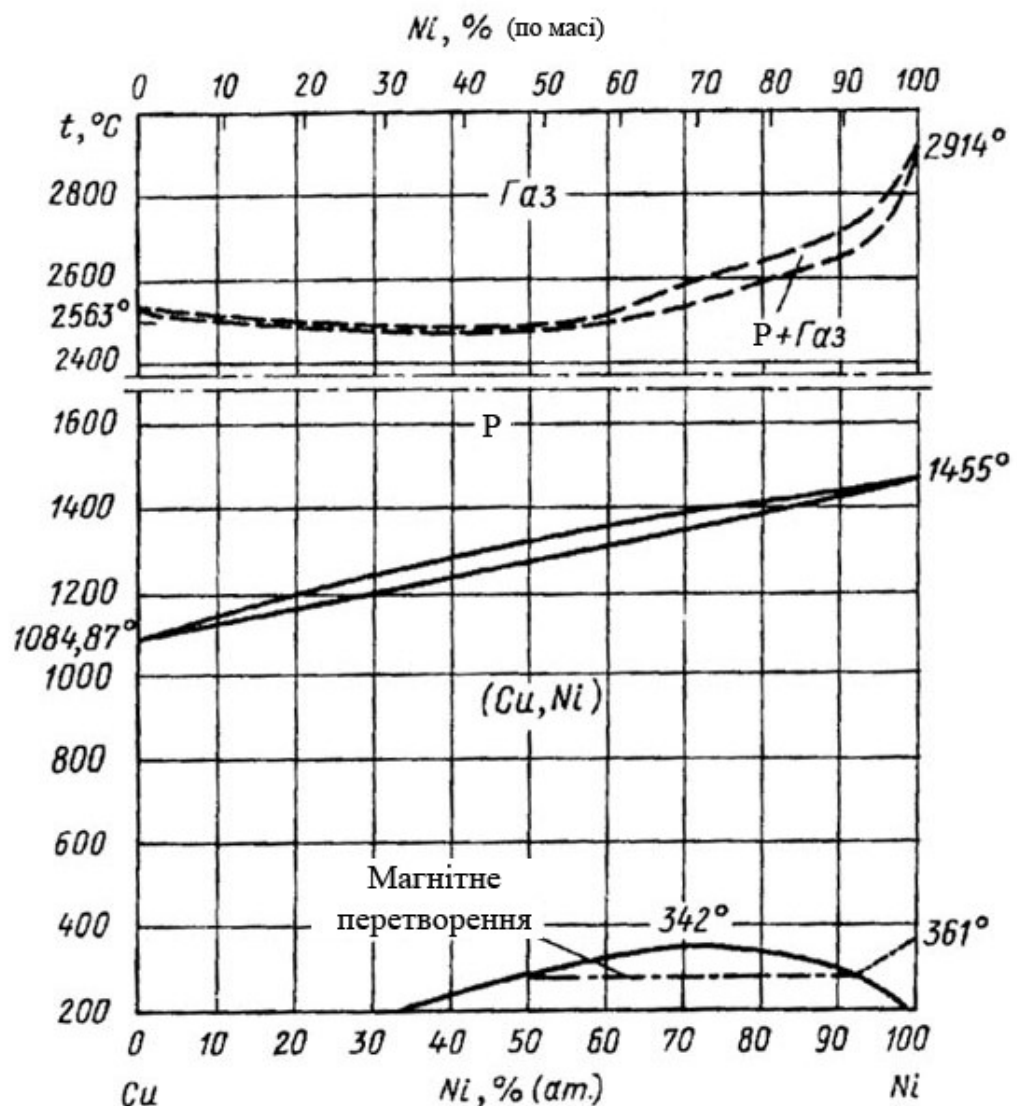


Рисунок 1.1 – Діаграма стану системи Ni/Cu [1]

Мідь та нікель з'єднуються у будь-яких пропорціях як у рідкому, так і у твердому стані утворюючи твердий розчин заміщення. Це означає, що атоми нікелю у кристалічній решітці можуть повністю замінити всі атоми міді.

Як видно із рисунку 1.1 сплав міді та нікелю розплавлюється та твердіє у інтервалі температур, при якому існують і твердий метал і розплав. На діаграмі стану цей інтервал обмежений двома лініями, що з'єднують температури плавлення чистої міді та нікелю. Верхня лінія ліквідусу показує кінець розплаву при нагріві або початок процесу твердіння при охолодженні, нижня – лінія солідусу, початок розплаву, або кінець процесу твердіння. Між лініями ліквідусу і солідусу маємо дві фази рідкий розплав і кристали твердого розчину.

У роботі [2] допускається існування з'єднання CuNi. Крім магнітного перетворення, що впливає на фізичні властивості у інтервалі температур 0 °C - 1000 °C існує також зворотнє аномальне перетворення, точка перегину при температурах 400 °C - 500 °C досягає свого максимального розвитку. При 52 ат. % Ni ця аномалія зв'язується із квазі-зворотньою фізико-хімічною реакцією, яка починається при низьких температурах до 450 °C і викликає зменшення електроопору [2].

По даним спектрального аналізу [1] спостерігається рівновага рідини-газу з азеотропним мінімумом при температурі 250 °C і концентрацією Ni (50 - 60) % ат. од. При концентрації (60 – 100) % ат. од. спостерігається наявність області розшарування на газоподібний та рідкий розчини різного складу. Границя розшарування твердого розчину і критична точка незмішуваності, що лежать у інтервалі концентрацій 69,7% ат. од. Ni і температурі 342 °C приведена на основі розрахунків по термодинамічним константам [1].

Таким чином діаграма стану ділиться на три області. Область існування рідкого розплаву – вище лінії обмеження, область існування твердих розчинів нижче цієї лінії, а між цими лініями знаходиться область існування розплаву і твердого розчину. Сплави цієї системи є основою промислових сплавів.

## 1.2 Діаграма стану системи Cr/Cu

Дослідження діаграми стану Cr/Cu проводилися неодноразово (рис. 1.2). Отримані результати [2] вказують на наявність евтектичної рівноваги та двох твердих розчинів на основі міді й хрому. Предметом численних дискусій є питання про наявність або відсутність області змішування у рідкому стані при концентраціях до 55 % Cu у високотемпературній області.

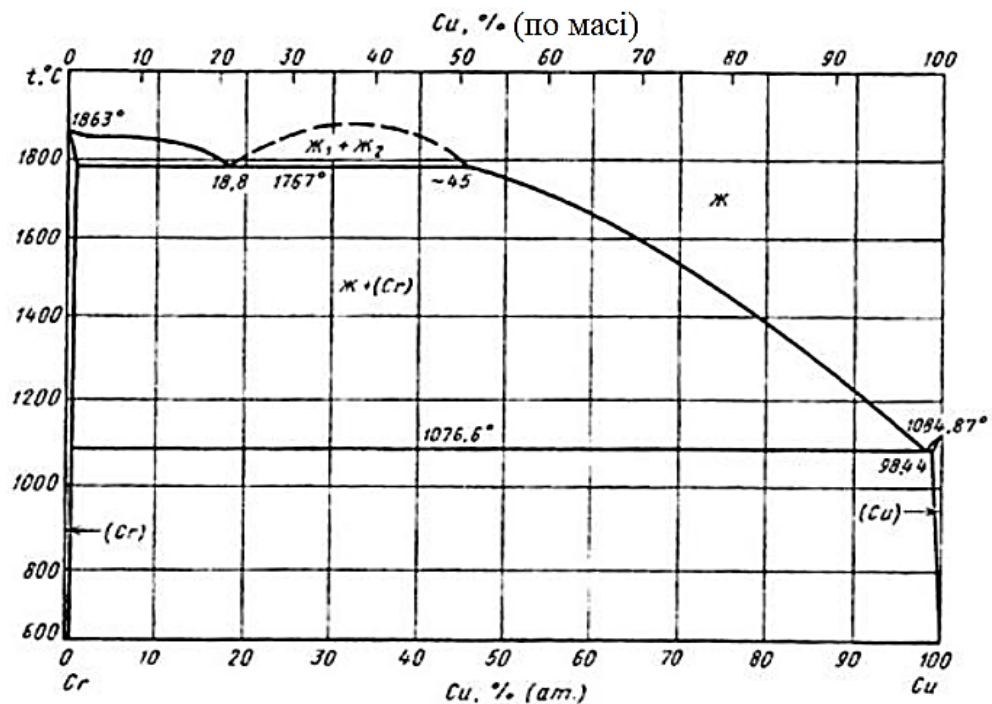


Рисунок 1.2 – Діаграма стану системи Cr/Cu [2]

Зусиллями чималих досліджень на повному інтервалі концентрацій методами металографічного, диференціального та термічного аналізу було з'ясовано, що у сплавах в інтервалі концентрацій 4 % – 45 % Cu панує монотектична рівновага при температурі  $1767^\circ\text{C} \pm 8^\circ\text{C}$  та концентрації 18,8 % Cu.

Результати термодинамічного [2] дослідження сплавів даної системи показали наявність області незмішуваності у рідкому стані від 18,8 % до 45 % Cu у вузькому інтервалі температур до  $1900^\circ\text{C}$ . Наявність двофазної області  $\text{P} + (\text{Cu})$  в інтервалі концентрацій хрому 42 % – 97 % при температурі  $1550^\circ\text{C}$ .

Концентрація міді у евтектиці складає 98,44 %, а температура евтектичної реакції  $P \leftrightarrow (Cu) + (Cr)$  дорівнює  $1076,6^{\circ}\text{C}$ .

У якості вихідних матеріалів для дослідження розчинності Cr в Cu методом металографічного аналізу та вимірюванням електроопору були використані Cr чистотою 99,8 %; 99,7 % (по масі) та Cu чистотою 99,99 %; 99,96 % (по масі). Максимальна розчинність досягає 0,89 % Cr при температурі  $1076,6^{\circ}\text{C}$  (таблиця 1.1).

Таблиця 1.1 – Розчинність Cr в Cu [2]

Температура, $^{\circ}\text{C}$	Розчинність Cr, %	Температура, $^{\circ}\text{C}$	Розчинність Cr, %
1070	0,76	900	0,21
1050	0,73	840	0,12
1030	0,54	800	0,16
1000	0,49	700	0,1
980	0,48	600	0,09
950	0,31	400	0,024

Розчинність Cu в Cr було досліджено [3] методом рентгенівської дифракції при аналізі кристалів Cr, селективно виділених зі сплаву після ізотермічної витримки, ці дані наведені у таблиці 1.2.

Таблиця 1.2 – Розчинність Cu у Cr [3]

Температура, $^{\circ}\text{C}$	Розчинність Cr, %
1700	$0,35 \pm 0,04$
1600	$0,27 \pm 0,03$
1500	$0,22 \pm 0,03$
1300	0,16
1150	0,085

Також було показано, що твердий розчин Cr/Cu може бути отриманий шляхом осадження майже у всьому діапазоні концентрацій.

У складі системи спостерігався перехід від ГЦК до ОЦК структури – діапазон від 29 % до 34 % Cr для розпилення та від 30 % до 40 % Cu для зразків виготовлених методом електронно-іскрового випаровування.

### 1.3 Дифузія у тонкоплівковому стані

Вакуумні-конденсати, які застосовуються у мікроелектроніці більшість полікристалічні. Їх параметри (розмір зерен, орієнтація, різноманітність величини зерен і т.п.) залежать, насамперед, від умов отримання та подальшої термообробки плівок. Незважаючи на незначну товщину плівок, велику площу поверхні, що перевищує об'єм, та порівняно низькі температури дифузійних процесів, вважається, що в тонкоплівковому стані переважає не об'ємна, а зерногранична дифузія. Термічна нестабільність плівок, наявність підкладки, на яку конденсуються плівки, сприяють виникненню значних градієнтів механічних напружень, що в свою чергу визначає появу в тонких плівках ряду додаткових ефектів у вигляді росту вусів та розпаду плівок на окремі островки, які не спостерігаються у масивних зразках [8].

Мідь один із найбільш перспективних матеріалів, що створює інтерес для міжелементної металізації у сучасних мікроелектронних приладах. Але через високий коефіцієнт дифузії мідь легко дифундує з різними елементами, наприклад з кремнієм, утворюючи силіциди. Ситуація погіршується при підвищених температурах, що характерно для експлуатації мікроелектронних пристроїв. Тому для правильного використання потрібних властивостей міді виникає необхідність створення стійких дифузійних бар'єрів.

У роботі [8] представлена залежність питомого опору вакуумних конденсатів Cu з підшаром Cr від температури відпалу (рис. 1.3).

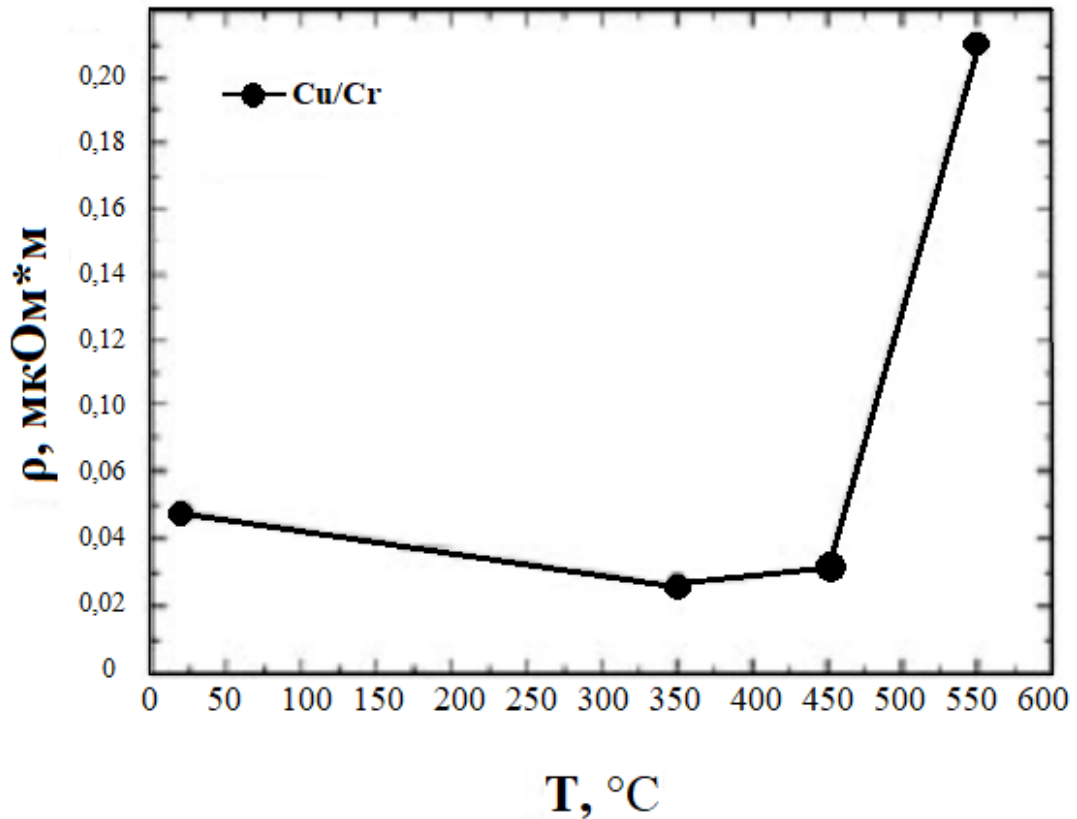


Рисунок 1.3 – Залежність питомого електроопору тонкої плівки Cr/Cu від температури відпалу [8]

У плівки, відпаленої при температурі 350 °С, спостерігається невелике зниження опору, пов'язане із зростанням середнього розміру зерна і анігіляцією дефектів. Після відпалу при 350 °С плівка Cr/Cu характеризується гладкою поверхнею.

Відпал при 450 °С призводить до виникнення наскрізних дефектів, які випадково розподілені по всій поверхні, щільність розподілу дефектів становить  $5,2 \times 10^9 \text{ м}^{-2}$ , з підвищенням температури до 550 °С спостерігається підвищення щільності розповсюдження дефектів на поверхні плівок і їх агломерація (рис. 1.4).

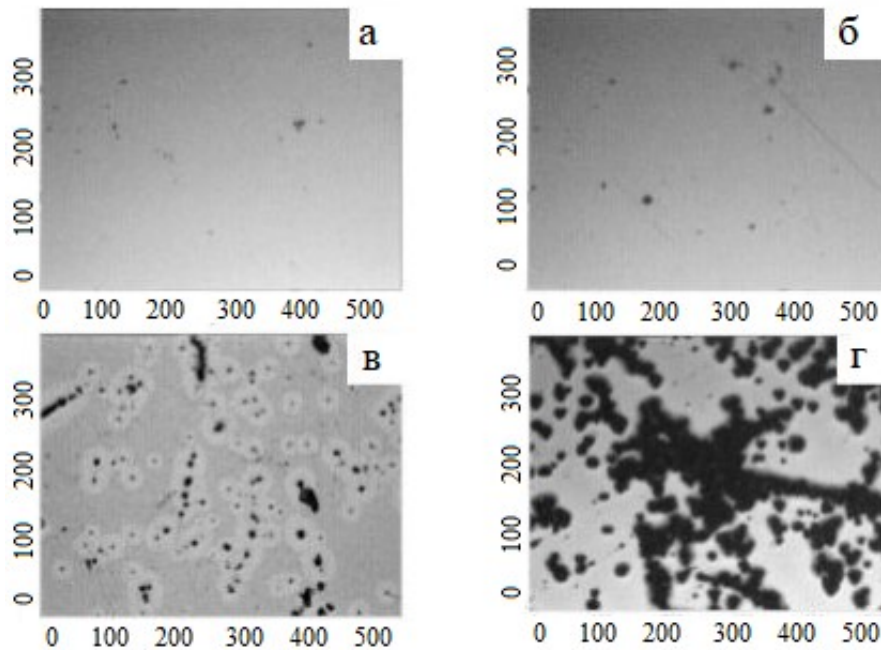


Рисунок 1.4 – Оптичне зображення плівок Cu/Cr на підкладці Si до (а) та після відпалу при температурах 350 °C (б), 450 °C (в) і 550 °C (г)

Крім утворення дефектів у процесі відпалу відбувається зростання середнього розміру зерна. Аналіз залежності розміру зерен від температури відпалу дозволяє виявити механізм масопереносу, який обумовлює зміни морфології поверхні та структури плівок Cu. Так при температурі 450 °C розмір зерна збільшується від ~20 нм до ~120 нм (рис. 1.5). Зміна рельєфу поверхні і структури плівки Cr/Cu, у дослідженому діапазоні температур, контролюються дифузією по межах зерен, а масоперенесення, яке контролюється дифузією по границям зерен обумовлює велику щільність дефектів і більш швидке зростання питомого електричного опору. При підвищенні температури відпалу до 450 °C електроопір плівки Cr/Cu починає зростати. Це свідчить про те, що при даній температурі підшар хрому вже не може запобігати взаємодифузії атомів міді і кремнію, обумовлюючи початок формування інтерметалічних сполук. Подальше збільшення температури до 550 °C призводить до різкого зростання електричного опору плівки Cu/Cr. Таким чином при 550 °C підшар не може ефективно виконувати функції дифузійного бар'єру [11].



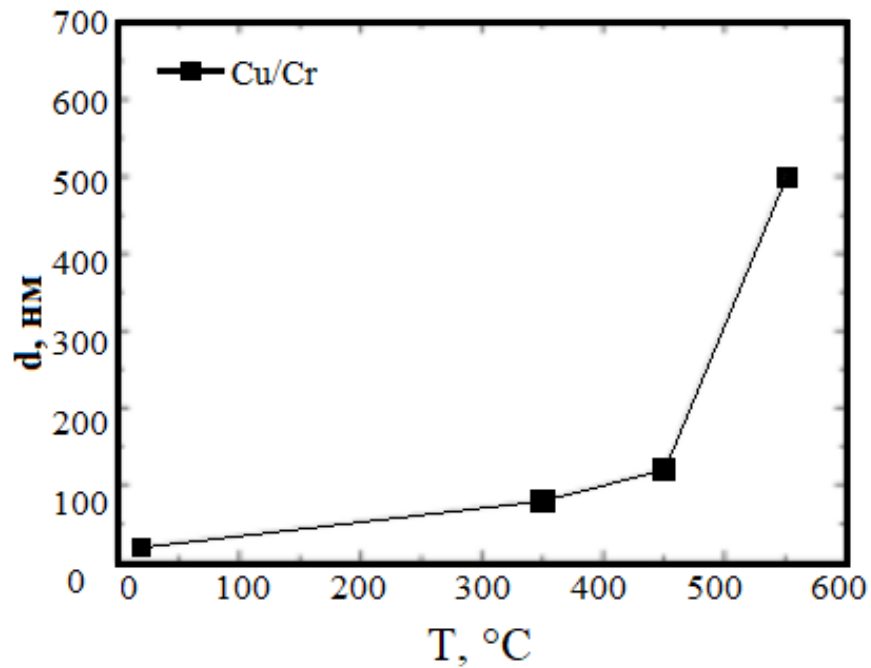


Рисунок 1.5 – Залежність середнього розміру зерна Cr/Cu від температури відпалу [11]

У роботі [12] було досліджено структуру та властивості тонкої плівки Cr/Cu, яка нанесена при постійному струмі небалансованого магнетронного розпилення. Дифракція показала, що багат шарова система складається з текстурованого (111) ГЦК Cu та текстурованих зерен (110) ОЦК Cr, характерних для тонких плівок. Виявилось, що Cr (110) відповідає положенню еталона, Cu (111) зміщений в положення, аналогічне тому, яке спостерігається у сплаві Cu - Cr із кількістю міді від 63 % до 69 %. Оскільки процес іонізації не очікується в процесі небалансованого магнетронного напылення та товщина шару Cu більша, ніж довжина дифузії Cr при кімнатній температурі, причиною прискореної дифузії при осадженні може бути радіаційне прискорення. Оскільки бомбардування іонами аргону у час осадження створює вакансії, коефіцієнт дифузії може бути збільшений у декілька разів, тобто посилюється сам процес дифузії [12].

Зміна опору при відпалі від 20 °C до 200 °C показала швидке окиснення плівки Cu при 170 °C (рис. 1.6), в той час як плівка 20 нм Cu з покриттям 10 нм Cr не показала ніяких змін. Зміна опору при більш високих температурах (~ 470 °C)

показала двошарове окислення плівки Cr/Cu (рис. 1.7). Ці результати підтверджують, що шар Cr товщиною 10 нм на Cu є неперервним.

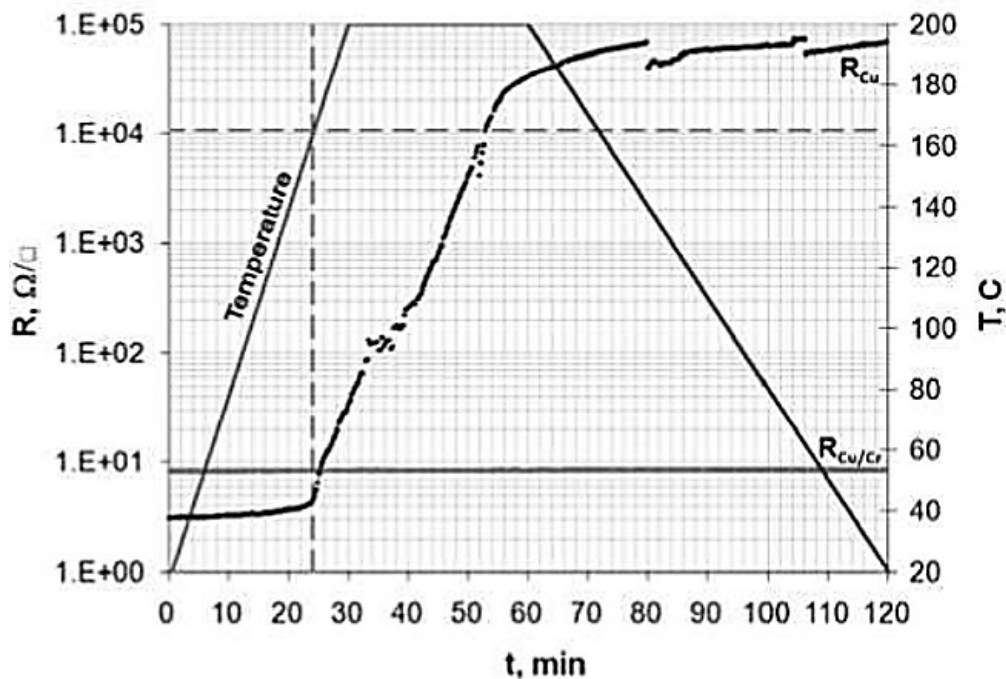


Рисунок 1.6 – Зміна питомого опору при відпалі 20 °C – 200 °C [12]

Показано [8], що при температурі 450 °C очікується швидкий процес дифузії та змішування міді із хромом. При температурі 600 °C також відбувається дифузія кисню через шар хрому, яка повинна викликати повне окиснення шару міді. Оскільки опір двошарової плівки Cr/Cu залишається значно нижче, ніж один окиснений шар плівки Cu, то через деякий час, при температурі 600 °C можна очікувати тільки часткове окиснення захисного шару плівки Cr. Вимірювання оптичного пропускання підтвердило, що зразки окислились у процесі відпалу.

Багатошарові тонкі плівки Cr/Cu широко використовуються для ряду електронних прикладних програм, зокрема спеціальних мікрохвильових смуг та гібридних інтегральних схем. Для цих плівок основними проблемами є окислення (корозія) та неминуча присутність Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на поверхні Cu. Наявність навіть невеликої кількості Cr або Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> негативно діє на закріплення металу та може призвести до проблем зв'язку.

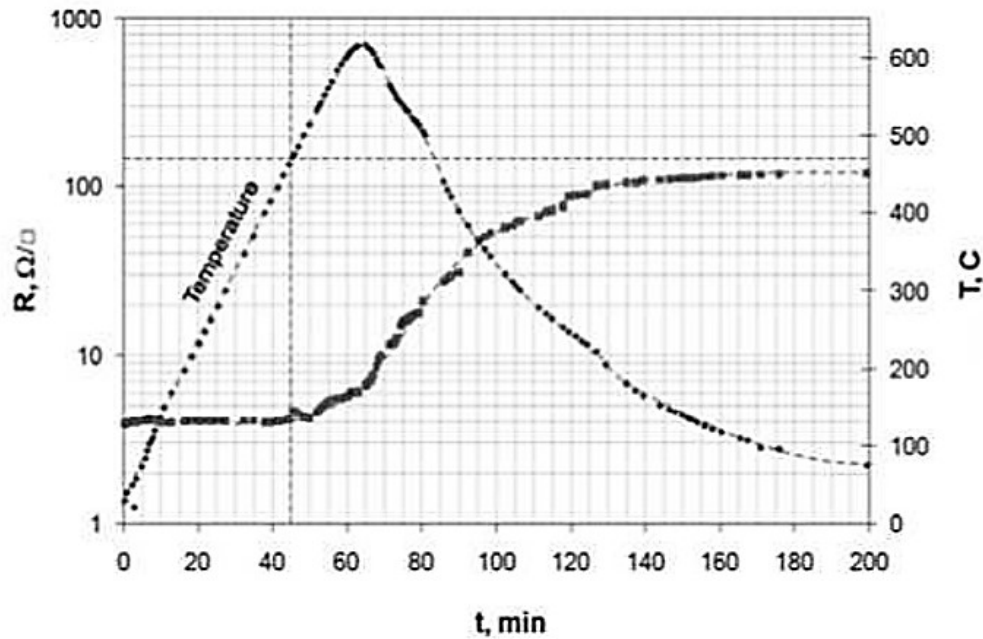


Рисунок 1.7 – Зміна питомого опору плівки Cr/Cu при відпалі 600 °C [12]

Ці проблеми можна звести до мінімуму, випарюючи Cu при кімнатній температурі до товщини більше 7000 Å, забезпечивши температуру плівки не вище 100 °C, до моменту скріплення або пайки. У роботі [13] досліджено властивості багатошарової композиції Cu/Cr/Ni, яка часто використовується, коли металева плівка повинна бути покрита ізолятором. Більшість ізоляторів не затримуються на поверхні міді або оксиду міді, тому верхній шар Cr слугує для поліпшення адгезії. Плівка Cu/Cr/Ni була отримана шляхом випарювання елементів із конічної нитки вольфраму.

Кожен зразок вимірювався перед відпалом протягом 40 хв при 100 °C та після відпалу протягом 40 хв при 175 °C. Показано [14], що в плівках Cu/Cr/Ni при осадженні на поверхні Cr (під час відпалу при 200 °C) не спостерігається дифузії Cu через верхній шар Cr. Мідь з'являється коли температура відпалу становить 400 °C. В умовах низьких температур, при відсутності сильного окислення, плівка Cu/Cr/Ni демонструє надзвичайно стійкий опір. Ці системи металізації знаходять найбільшу корисність при застосуванні низькотемпературних приладів і мають стійку резистентність в умовах низьких температур. При високих температурах практично в будь-якому середовищі

випаровування з підігрітими підкладками неминуче призводить до присутності Cu на поверхні верхнього шару Cr, що є наслідком невдалого діелектричного зародження. Ці проблеми діелектричної нуклеації особливо виражені, якщо застосовуються технології хімічного осадження парів, що вимагають високих температур підкладки в окисних середовищах. У багатьох випадках корисніше, якщо шар верхнього Cr замінюється металом, таким як Mo або W, щоб запобігти дифузії Cu через верхній шар [14].

#### **1.4 Особливості масоперенесу компонентів системи Cu/Cr/Ni**

Авторами роботи [12] проведено ретельне дослідження формування фазового складу та пошарового розподілу компонентів у тришаровій системі Cu/Cr/Ni до та після її іонно-плазмової обробки різної тривалості.

Зразки були одержані послідовним осадженням шарів Ni, Cu та Cr товщиною 40 нм на підкладку із ситалу СТ-50-1 (60 % мас. SiO<sub>2</sub>; 13 % мас. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 9,5 % мас. MgO; 7,5 % мас. CaO; 9,5 % мас. TiO<sub>2</sub>) в одному вакуумному циклі (10<sup>-4</sup> Па) методом резистивного випаровування. Ni та Cr випаровували з вольфрамових дротяних тиглів, Cu — з молібденової стрічки. Нижній шар — Cr, верхній — Ni. Температура підкладки становила 298 °C до початку конденсації. Впродовж процесу напорошування вона піднімалася на 40 °C – 50 °C внаслідок радіаційного випромінення від випарників. Час випаровування кожного металу не перевищував однієї хвилини.

На рисунку 1.8 представлено результати мас-спектрометрії вторинних іонів для вихідного стану зразків та після іонно-плазмової обробки різної тривалості.

Характер розподілу атомів кисню за товщиною зразка дозволяє аналізувати процеси окиснення, оскільки особливістю методу ВІМС є висока чутливість до хімічного зв'язку [13]. Атоми нікелю також дифундують у плівку міді, взаємна дифузія міді та хрому відбувається в області межі поділу шарів. Саме тому при утворенні оксидної фази певного елемента, інтенсивність його

вторинно-іонної емісії стрімко збільшується. Аналогічні сплески інтенсивності спостерігаються у поверхневих шарах для міді та нікелю у вихідному стані зразка (рис. 1.8, а). Для цього випадку більш помітною стає дифузія атомів купруму та нікелю у шар хрому, тобто в напрямку до підкладки.

Слід відмітити, що у поверхневому шарі спостерігається наявність значної кількості домішкових атомів кисню та карбону. Ще один особливий ефект, на який слід звернути увагу, — це незначна кількість кисню та карбону по товщині плівки після іонно-плазмового оброблення впродовж 7200 с (рис. 1.8, г).

Інтенсивність сигналу вторинно-іонної емісії від кисню та карбону на поверхні не відрізняється від об'єму. Атоми купруму дифундують у плівку нікелю та накопичуються на зовнішній поверхні із подальшим окисненням, вони також дифундують у плівку міді, взаємна дифузія міді та хрому відбувається в області межі поділу шарів.

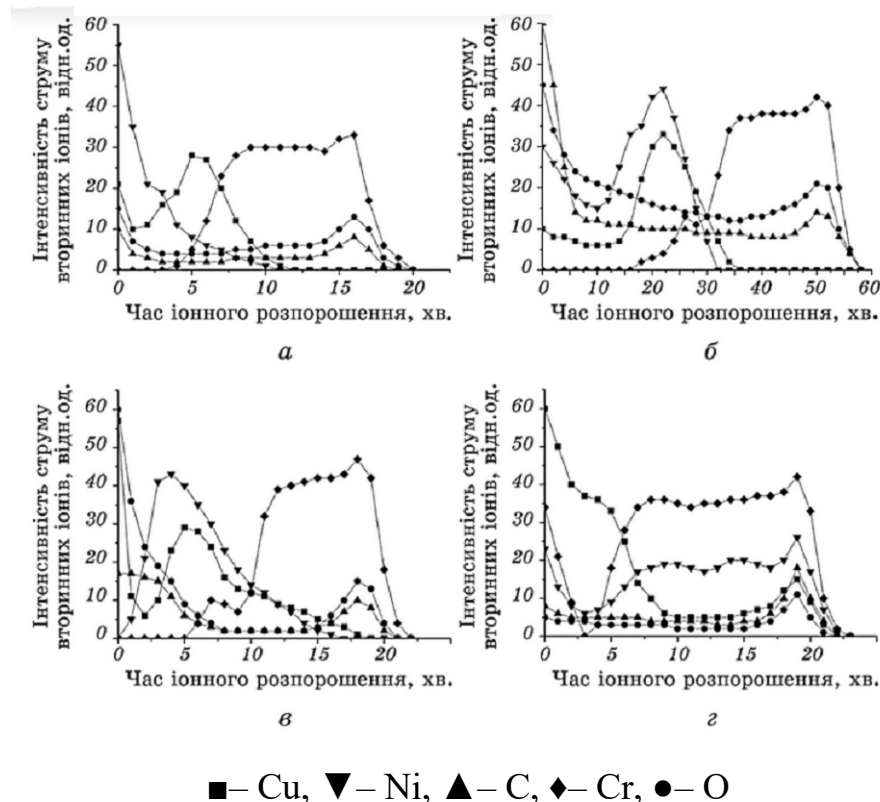


Рисунок 1.8 – Розподіл компонентів системи Cu/Cr/Ni по товщині у початковому стані (а) та після іонно-плазмовї обробки впродовж 20 хв (б), 60 хв (в) та 120 хв (г) [12]

Дослідження складу поверхні свідчать про збільшення вмісту карбону у 6 разів та кисню у 3 рази порівняно із вихідним станом [12]. Відбувається також насичення плівкової системи по всій товщині киснем, що призводить до значного збільшення часу її іонного розпорошення. З формуванням шару твердого розчину Ni – Cu звертає на себе увагу також інтенсивна взаємна дифузія атомів купруму та нікелю, а також накопичення атомів хрому на межі поділу з цим шаром.

При збільшенні часу оброблення до 60 хв (рис. 1.8, в) коефіцієнт переосадження розпорошених атомів, зменшується і, як наслідок, ефективна швидкість розпорошення плівки стає більш високою. У цьому випадку інтенсифікується процес поверхневої сегрегації атомів Cu.

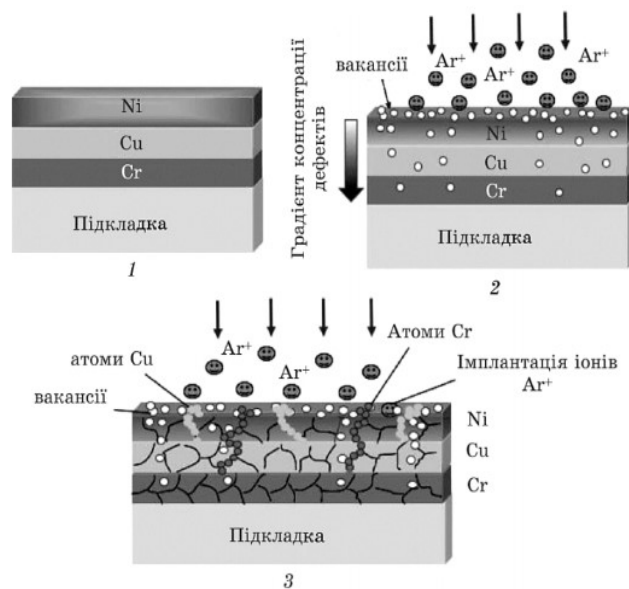
Найбільш цікавий результат одержано після оброблення зразка впродовж 120 хв (рис. 1.8, г). На поверхні відбувається сегрегація атомів хрому і накопичення атомів міді. При цьому у приповерхневій області формується шар міді, за яким до підкладки спостерігається область повної гомогенізації усіх трьох компонентів.

Схематично процеси масоперенесення та дефектоутворення під дією іонно-плазмового оброблення представлено на рисунку 1.9.

При контакті двох твердих речовин, коефіцієнт дифузії першої речовини в другу може відрізнятися від коефіцієнту дифузії другої в першу. Через це, у більш швидкодифундуючій речовині можуть утворюватися пори. Це явище називається ефектом Кіркендала.

Відомо, що бомбардування поверхні твердого тіла іонними пучками приводить до істотних змін, а саме, до утворення на поверхні конусів, пірамід, ям, терас, сходинок та інших елементів мікрорельєфу [13].

Це пояснюється залежністю іонного розпорошення матеріалу від напрямку кристалографічної орієнтації його зерен, наявністю включень, які погано розпорошуються, або домішкових атомів та областей з концентраційною неоднорідністю.



1 — вихідний стан системи Cu/Cr/Ni, 2 — генерація радіаційних дефектів, 3 — масоперенесення атомів Cu та Cr до зовнішньої поверхні

Рисунок 1.9 – Схема перерозподілу компонентів в умовах радіаційної дії та реалізації зворотнього ефекту Кіркендала [12]

В результаті такого селективного розпорощення на поверхні формуються виступи (рис. 1.10, а), які в подальшому трансформуються у конуси та клиновидні хребти (рис. 1.10, б).

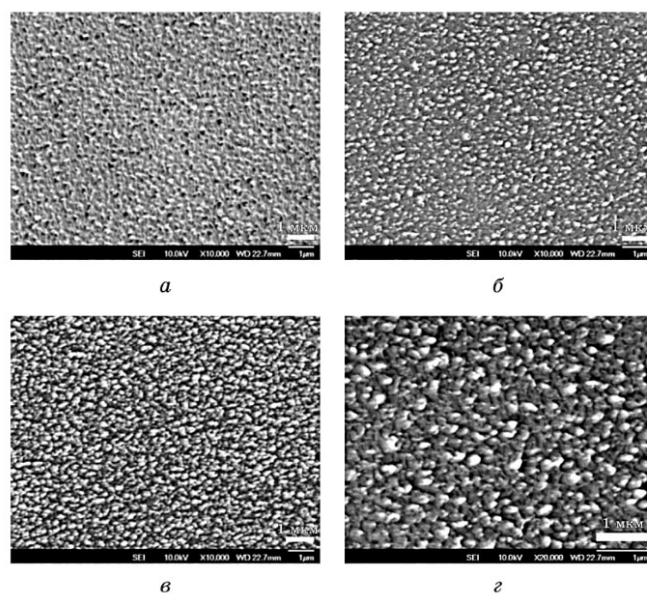


Рисунок 1.10 – Мікроструктура поверхні системи Cu/Cr/Ni після іонно-плазмової обробки впродовж 20 хв (а), 60 хв (б) та 120 хв (в, г) [13]

Нормування особливостей мікрорельєфу відбувається в результаті генерації та накопичення радіаційних дефектів під дією іонно-плазмового оброблення.

За допомогою методу рентгенівської фотоелектронної спектроскопії авторам вдалося встановити істотні зміни у відносній концентрації атомів кисню та значні втрати карбону після витримки у плазмі плівок діелектричних матеріалів. Таким чином, сплески інтенсивності струму вторинних іонів основних компонентів на поверхні системи зумовлені саме їх сегрегацією, а не окисненням. Нормування такої хімічно пасивної структури може бути обумовлене істотними змінами стану поверхневих шарів іонно-опромінених металів, в результаті чого змінюються умови взаємодії кисню з поверхневими атомами.

Показано, що таке оброблення інтенсифікує процес масопереносу атомів Cu та Cr із глибинних шарів до зовнішньої поверхні з наступною їх сегрегацією. Ефект обумовлений генерацією радіаційних дефектів у поверхневій області під дією іонного бомбардування та реалізацією зворотнього ефекту Кіркендала.

### **1.5 Висновки до розділу 1**

1. Аналіз літературних даних показав, що система Cu/Cr/Ni у тонкоплівковому стані вивчена не достатньо.

2. Визначені характеристики структури та фазового складу у досліджуваній системі, відповідають сталому термодинамічному стану.

3. Літературний огляд показав перспективність застосування системи Cu/Cr/Ni у вирішенні сучасних задач мікро-приладобудування та перспективність системи для подальших досліджень.



## 2 МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕННЯ

### 2.1 Отримання вакуумних-конденсатів методом термічного випаровування

Метод термічного випаровування полягає у випаровуванні металу або сплаву у вакуумі та конденсації парів матеріалу на поверхню підкладки. Це пов'язано із властивостями металів і деяких інших матеріалів переміщатися прямолінійно, осідаючи на поверхні, яка розміщена на шляху їх руху в умовах високого вакууму. Після випаровування матеріалу відбувається його конденсація на поверхні підкладки з утворенням плівки. Висока чистота осажденного матеріалу пояснюється проходженням процесу у високому та надвисокому вакуумі. Також, метод характеризується відносною простотою реалізації та універсальністю [17]. Важливо зазначити, що чистота підкладки впливає на якість і міцність плівок, тому її поверхню попередньо полірують та очищують. В якості підкладки можуть бути використані скло, кварц, слюда та немагнітні матеріали, сколи монокристалів NaCl тощо. Інколи, проводять нагрів підкладки до температури 373 К – 573 К за допомогою спеціального нагрівача, що дозволяє зняти внутрішні напруження у плівці та покращити її адгезію до підкладки. У випаровувач з вольфраму, що має спіральну форму, розташовуються метал, який потрібно осадити на підкладку та пропускається електричний струм. Через деякий час випаровувач набуває температури, достатньої для початку плавлення матеріалу. Газоподібний розплавлений метал рухається у напрямку підкладки та осідає на її поверхні, створюючи шар у вакуумного конденсату. Випаровувач з матеріалом розміщують у вакуумну систему та відкачують повітря (рис. 2.1). При умові, якщо в камері створюється тиск порядку  $10^{-5}$  мм.рт.ст., траєкторія руху атомів металу буде прямолінійною, тобто більша частина атомів буде досягати підкладки, не боячись зіткнень із молекулами залишкового газу. Перехід атомів металу із пару у конденсований стан відбувається при осадженні парів на підкладку.

Розглянутий метод дозволяє отримувати вакуумно конденсовані шари різної товщини, які, в свою чергу, регулюються зміною швидкості або часу конденсації. На процес формування плівок чинять вплив декілька факторів, найбільш істотним, з яких є температура підкладки. Залежно від цієї температури можуть реалізуватися різні механізми конденсації, які у великій мірі визначають структурний стан плівок.

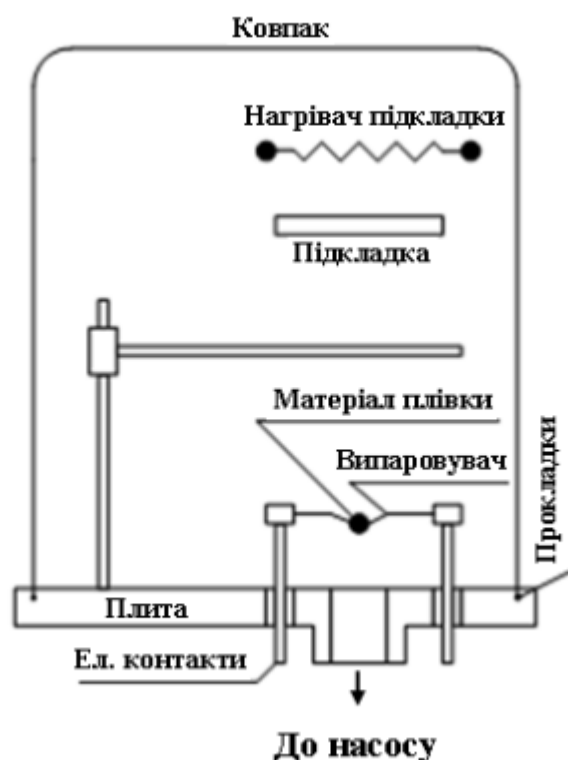


Рисунок 2.1 – Схема основної частини приладу ВУП-5 для отримання тонких шарів металів [18]

Метод термічного випаровування не є універсальним, так як випаровування речовин з високою температурою плавлення викликає ряд ускладнень. У деяких випадках необхідна механічна або хімічна міцність утворених покриттів не забезпечується, через неможливість достатнього регулювання процесу випаровування і конденсації. Також нанесення плівок на поверхні деталей складної конфігурації і великих розмірів викликає ряд технологічних труднощів.

## 2.2 Визначення товщини отриманих металевих шарів

Товщина металевих плівок утворених напиленням у вакуумі визначається за допомогою мікро-інтерферометра МП-4, принцип дії якого заснований на інтерференції світла (рис. 2.2). У якості роздільної системи приладу використовується похила паралельна пластинка із напівпрозорим покриттям. Частину падаючого світла ця пластина здатна пропускати, іншу ж – відбиває, у результаті чого отримуються дві системи світлових хвиль, здатних до інтерференції, які спостерігаються як інтерференційні смуги у фокальній площині окуляра.



1 – мікрометричний гвинт; 2 – рукоятка; 3 – голівка гвинта; 4 – мікрометричний гвинт; 5 – голівка об'єктиву; 6 – пластина; 7 – кільце; 8 – візуальний тубус; 9 – мікрометричний гвинт; 10 – мікрометричний гвинт; 11 – досліджувана деталь; 12 – лампа

Рисунок 2.2 – Схема мікро-інтерферометра МП-4

При роботі у монохроматичному світлі в полі зору спостерігаються темні та світлі смуги, що чергуються (рис. 2.3). Вимірювання товщини плівки зводиться до визначення висоти сходинок на границі розділу плівка-підкладка. Ні плівка, ні підкладка не повинні мати подряпин, відшаровувань та сколів. У полі зору приладу мають бути видні одночасно границя плівка-підкладка та інтерференційні смуги, переламані у місцях, де і проходить сходинок, причому інтерференційні смуги мають бути орієнтовані перпендикулярно напрямку сходинок [19].

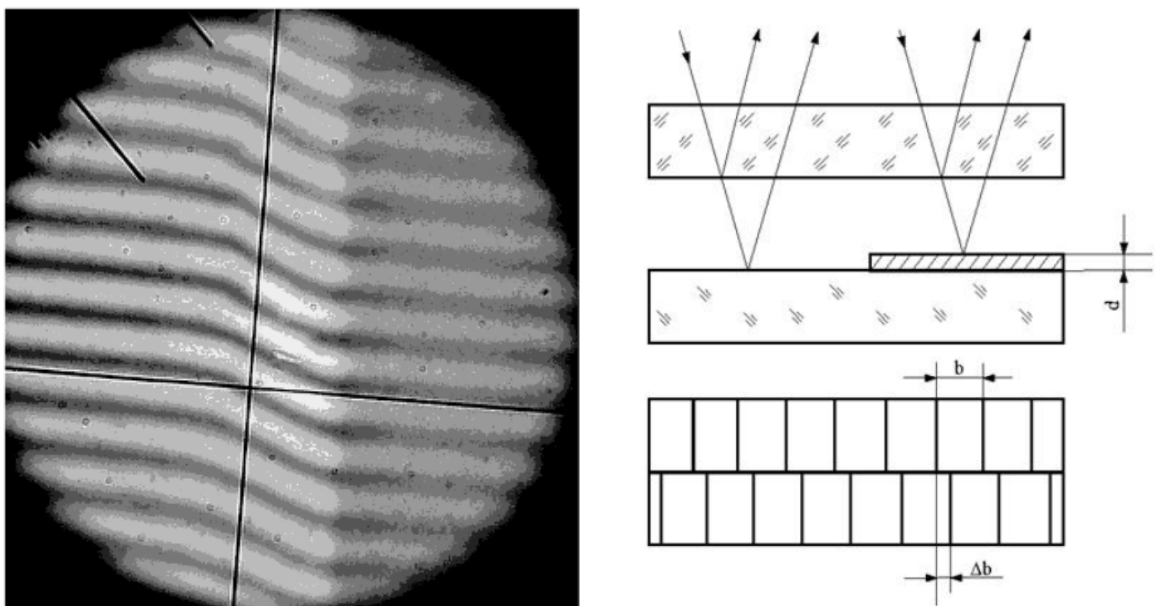


Рисунок 2.3 – Інтерференційні лінії на межі покриття-підкладка

Товщина шарів визначалася за формулою 2.1:

$$d = \frac{\Delta b}{b} \times \frac{\lambda}{2}, \quad (2.1)$$

де  $d$  – товщина шару;

$\Delta b$  – зміщення інтерференційної лінії;

$b$  – ширина смуг.

Параметри  $\Delta b$  і  $b$  вимірюються у поділках шкали на мікрометричному барабані окуляра.

### 2.3 Дослідження фазового складу та мікроструктури методом дифракції електронів високої енергії

На відміну від електронного мікроскопу електронографи відрізняються відсутністю об'єктивної, проміжної та проекційної лінзи (рис. 2.4). Завдяки відсутності цих лінз між зразком та екраном електронограма має мінімально можливі викривлення, що дозволяє визначати параметри кристалічних ґраток з точністю  $\pm 0,002 \text{ \AA}$  [21]. Джерело електронів (електронна гармата) формує тонкий пучок електронів, прискорених напругою в декілька десятків кіловольт.

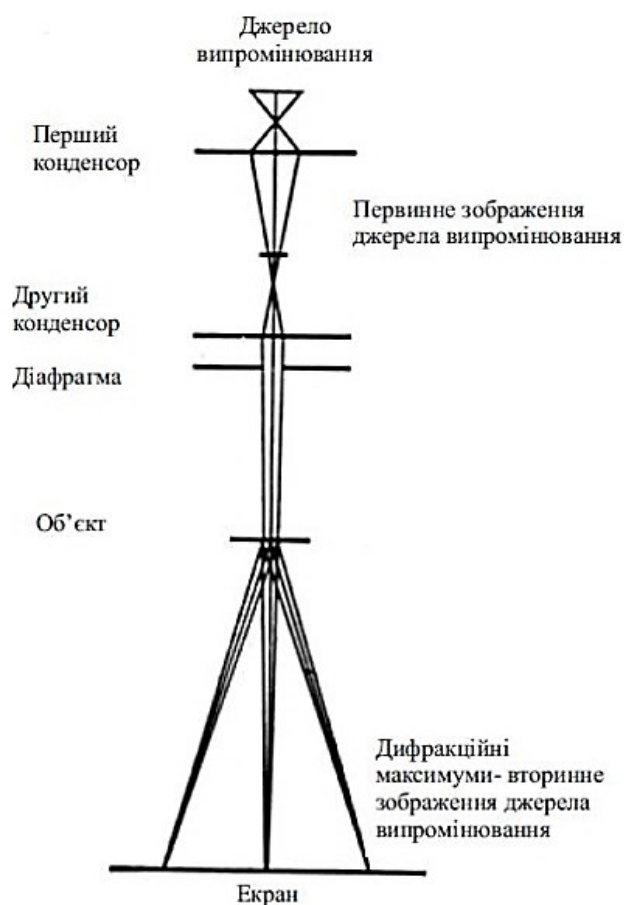


Рисунок 2.4 – Оптична схема електронографа [21]

Сформований пучок електронів спрямовується на зразок досліджуваної речовини, який має бути достатньо тонким, для проходження крізь нього електронного променя, не втрачаючи при цьому інтенсивність [21].

Електронний промінь дифрагує (або, як у випадку аморфної речовини – розсіюється) на періодичній структурі, що утворена з атомів або інших розсіюючих центрів, таких як області когерентного розсіювання (ОКР) та дефекти пакування, створюючи інтерференційну картину, яку спостерігають на екрані або реєструють на фотопластині [22]. У випадку полікристалічного зразка дифракційна картина має вигляд концентричних кілець, у випадку монокристалічного зразка – окремих рефлексів [22].

## **2.4 Резистометричний метод дослідження**

Чотиризондовий метод вимірювання питомого опору тонкої металевої плівки є найпоширенішим. Перевагою методу є те, що опір зони контакту щупа з зразком не має істотного значення при виконанні вимірювань (внутрішній опір вольтметра набагато вище опору зразок - контактний зонд), можливо зробити вимір питомого опору зразків найрізноманітнішої форми і розмірів [24].

Схема вимірювання опору чотирьохзондовим методом представлена на рис. 2.5. На плоскій поверхні зразка вздовж прямої лінії розміщені чотири металевих зонди із малою площею зіткнення [24].

Дана методика базується на явищі розтікання струму у точці контакту металевого вістря струмового зонда із поверхнею досліджуваного матеріалу при пропусканні струму  $I_{14}$  між двома точковими струмовими зондами з номерами 1 і 4 на цій поверхні та виникнення завдяки зазначеному процесу між двома іншими точками тієї ж самої поверхні, де встановлено два металевих вимірювальних точкових зонди з номерами 2 і 3, різниці потенціалів  $U_{23}$ , пов'язаної у разі однорідного матеріалу певним співвідношенням з його питомим електричним опором та з особливостями позиціонування системи зондів.

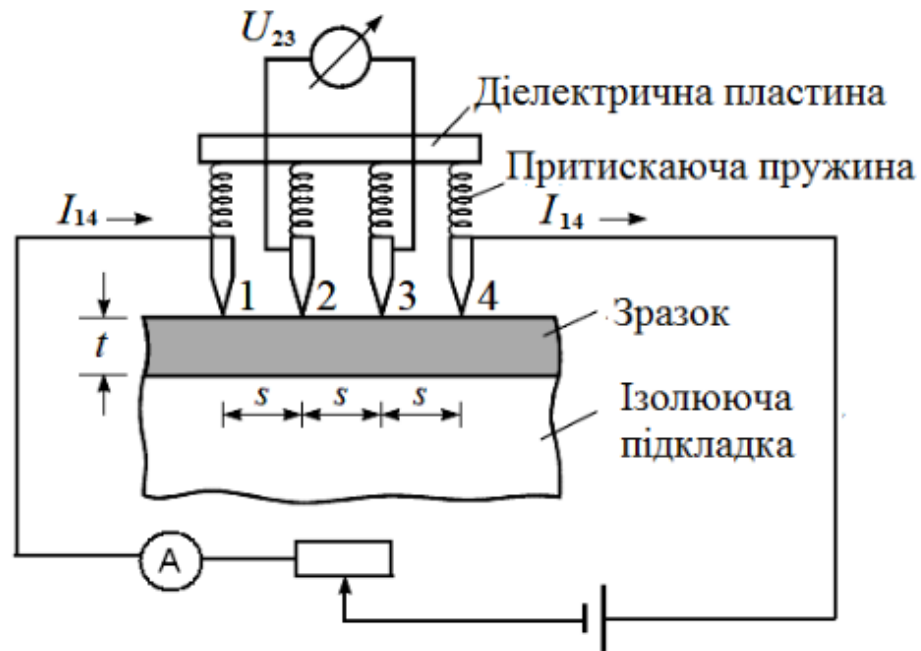


Рисунок 2.5 – Схема реалізації чотиризондової методики вимірювання електричного опору [24]

При цьому вказані зонди встановлюються на плоску поверхню зразка зазвичай уздовж однієї прямої лінії (рис. 2.5).

Електроопір обчислюють за формулою 2.2:

$$\rho = 2\pi \times S \times \frac{U_{23}}{I_{14}} \quad (2.2)$$

У випадку коли товщина зразка набагато менше ніж відстань між зондами (0,4 S ÷ 0,6 S) розтікання струму має циліндричну симетрію. Якщо зонди розташовані на одній прямій, а відстані між ними однакові, то отримаємо формулу 2.3:

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} \times t \times \frac{U_{23}}{I_{14}}, \quad (2.3)$$

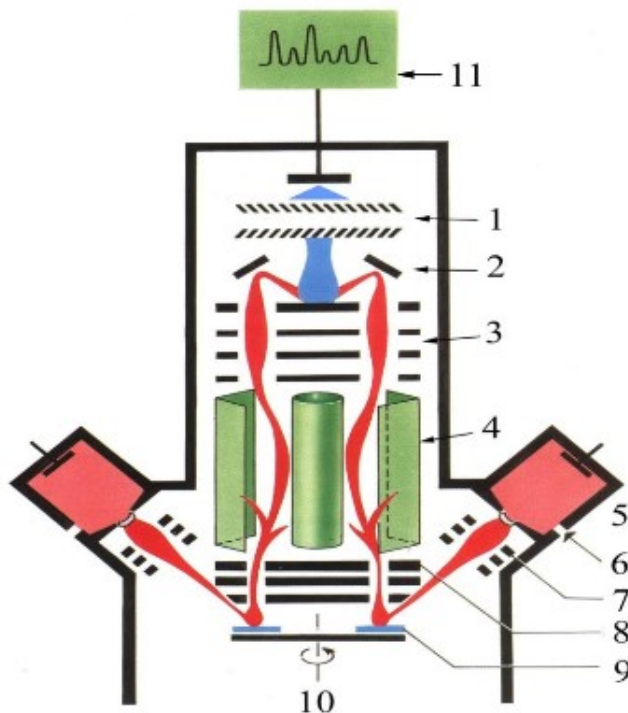
де  $t$  – товщина зразку.

## 2.5 Визначення пошарового розподілу компонентів методом вторинно-іонної мас-спектрометрії (ВІМС)

Вимірювання кількості всіх вторинних часток, їх спектра енергій, мас а також розподіл у просторі є основою методів дослідження складу та структури поверхні твердого тіла або іонної діагностики поверхні. Можливість отримання відомостей про склад поверхневих шарів твердого тіла, аж до зовнішнього атомного моношару, значно розширилася у зв'язку із розробкою та удосконаленням вторинно-емісійних методів електронної та іонної спектроскопії. Для побудови профілів розподілу компонентів по глибині матеріалів, включаючи міжфазну границю, зазвичай використовуються методи, які дозволяють проводити пошарове витравлювання досліджуваної поверхні пучком прискорених іонів. Найбільш органічним чином іонне травлення поєднується із аналізом у методі вторинно-іонної мас-спектрометрії. Мас-спектрометричне вимірювання кількості вторинних іонів, вибитих первинними іонами з мішені дозволяє робити висновки про кількість відповідних атомів у зразку, тобто визначити їх локальну концентрацію [25]. Найбільш важливими характерними особливостями методу є дуже низький поріг чутливості для більшості елементів (менше  $10^{-4}$  моноатомних шарів), вимір профілів концентрації малих кількостей домішок з роздільною здатністю по глибині менше 5 нм. У приладі MX-7201 (рис. 2.6) використовується джерело іонів з холодним катодом типу Пеннінга. Він формує іонний потік з максимальним струмом в пучку до 25 мкА, енергія іонів може змінюватися до 10 кеВ. Площа плями фокусування іонів на поверхні зразка може змінюватися від 0,5 мм<sup>2</sup> до 6 мм<sup>2</sup>. В якості мас-аналізатора в цьому приладі використовується динамічний мас-аналізатор монопольного типу. Між електродами створюється плоске гіперболічне поле з квадратичним розподілом потенціалу в площині, перпендикулярної осі системи [26]. Електронна лінза відбирає з усього потоку часток тільки позитивно заряджені іони, які далі потрапляють в монополь. На його електроди подається як постійна, так і змінна напруга, величини якої



визначають можливість проходження через лінзу іонів тільки з певним значенням  $m/q$ . Іони, що пройшли крізь монополь, потрапляють на іонно-електронний перетворювач.



1 – вторинно-електронний помножувач (ВЕР-2); 2 – зовнішній електрод; 3 – двоканальний іонно-електронний перетворювач (ІЕР); 4 – аналізатор; 5 – джерело іонів (ліва і права іонні гармати); 6 – кран напуску робочого газу; 7 – електростатична фокусуюча лінза; 8 – імерсійний об'єктив; 9 – зразок

Рисунок 2.6 – Схема аналітичної колони мас-спектрометра [27]

У ньому виникає емісія вторинних електронів, які потім потрапляють на підсилювач, що, у свою чергу дає сигнал, пропорційний або іонному струму (аналоговий режим), або дає сигнал рівний кількості іонів, що пройшли за певний час (дискретний режим). В якості системи реєстрації в приладі МХ-7201 використовується комп'ютер. Для зручності роботи в приладі є показчик масового числа, на проходження якого в даний момент налаштований мас-аналізатор. Проте він потребує попереднього калібрування на відомих елементах і ним можна користуватися, тільки знаючи величину поправки [28].

## 2.6 Висновки до розділу 2

1. Показано перспективність застосування методики трансмісійної електронної мікроскопії, електронографії, резистометрії та ВІМС для дослідження фазових перетворень у системі Cu/Cr/Ni.
2. Визначено оптимальні умови для отримання наношарових покриттів Cu/Cr/Ni методом термічного випаровування у вакуумі.
3. Обґрунтовано застосування методу оптичної інтерференції для визначення товщини вакуумно-конденсованих покриттів з товщиною у нанометровому діапазоні.

### 3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

#### 3.1 Визначення сталої електронографу

Сталу електронографу розраховують методом внутрішнього еталону, в якості якого використовувався тришаровий вакуумний конденсат Cu/Cr/Ni (рис. 3.1). Виміряно діаметр дифракційних кілець ( $D_{hkl}$ ) міді на електронограмі, розраховано міжплощинні відстані за формулою 3.1 та отримано сталу даного приладу, розраховану за формулою 3.2. Період градки для Cu становить  $a = 3,615 \text{ \AA}$ .

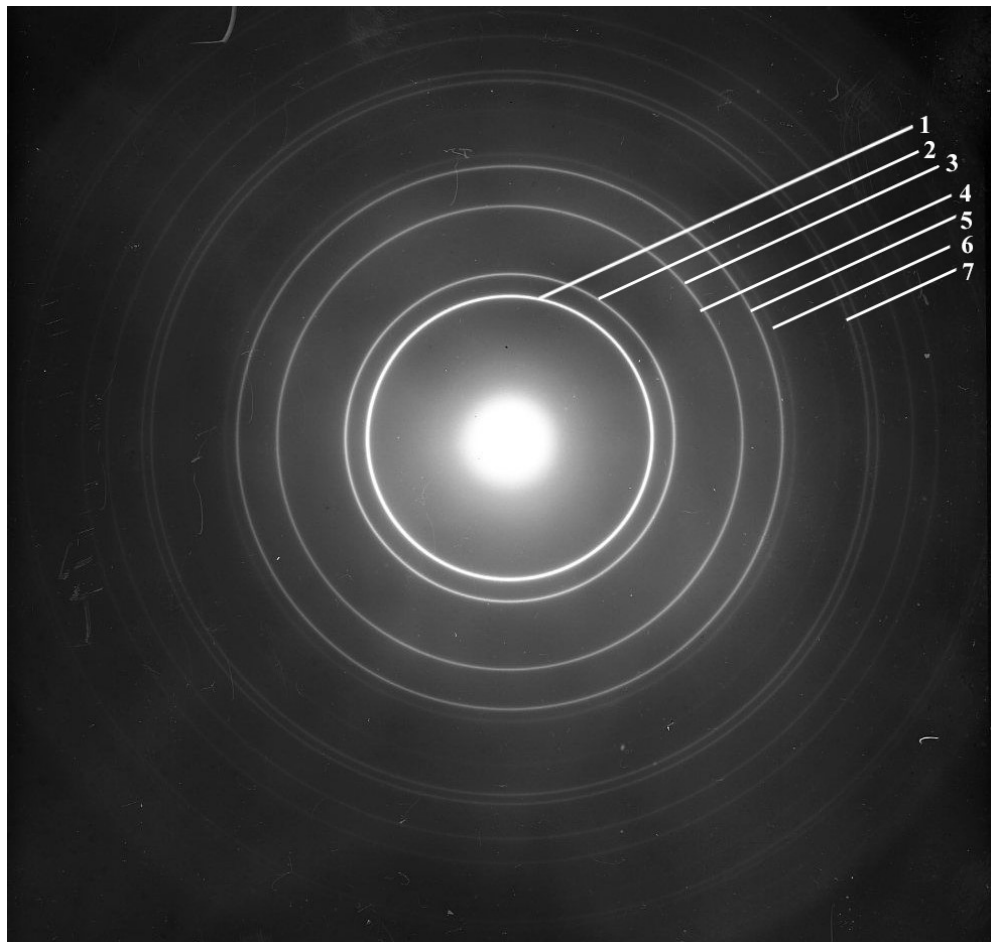


Рисунок 3.1 – Електронограма потрійного шару Cu/Cr/Ni у вихідному стані (до відпалу)

Міжплощинні відстані визначаються за формулою:

$$d_{hkl} = \frac{a_{Cu}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad (3.1)$$

де  $d_{hkl}$  – міжплощинні відстані, Å ;  
 $a_{Cu}$  – період ґратки купруму, Å ;  
 $h, k, l$  – індекси Міллера.

Звідси отримуємо розрахункову формулу для сталої приладу  $C$ :

$$C = d_{hkl} \times D_{hkl}, \quad (3.2)$$

де  $C$  – стала приладу, Å ;  
 $d_{hkl}$  – міжплощинні відстані, Å ;  
 $D_{hkl}$  – діаметр дифракційних кілець з індексами  $hkl$ , мм.

Визначено середнє значення сталої електронографу і для подальших розрахунків електронограм буде використовуватися формула 3.2. Розшифровка вихідного фазового складу тришарової плівки Cu/Cr/Ni наведено у таблиці 3.1.

Таблиця 3.1 – Результати електронограми Cu/Cr/Ni

№ лінії	Індекси відбиття $hkl$	Міжплощинна відстань, $d_{hkl}$ , Å	Діаметр кілець, $D_{hkl}$ , мм	Стала приладу, $C$ , Å×мм	Фаза
1	110	2,5	21,2	53,02	CrO
2	111/110	2,07	25,2		CuNi/Cr
3	200	1,8	29,3		CuNi
4	210	1,51	35,1		CrO
5	220	1,27	41,5		CuNi
6	311	1,17	45,2		CuO
7	222	1,09	48,5		CuNi

### 3.2 Дослідження фазових перетворень методом дифракції електронів високої енергії

Відпал тришарової тонкошарової системи Cu/Cr/Ni проводився у колоні електронографу ЕМР-100 впродовж 5 хв за прискорюючої напруги 75 кВ. Зміни у фазовому складі досліджуваної системи визначаються порівнянням електронограм від системи Cu/Cr/Ni, отриманих при відповідних температурах відпалу (рис. 3.2). Зі збільшенням температури відпалу на електронограмах спостерігається зміна кількості, положення та ширини дифракційних кілець, що свідчить про зміну фазового складу системи Cu/Cr/Ni.

У невідпаленому стані фазовий склад відповідає ГЦК – Cu + ГЦК – Cr + ГЦК – Ni. Параметри кристалічних ґраток становлять:  $a_{\text{Cu}} = 3,615 \text{ \AA}$ ,  $a_{\text{Cr}} = 2,88 \text{ \AA}$  та  $a_{\text{Ni}} = 3,524 \text{ \AA}$ .

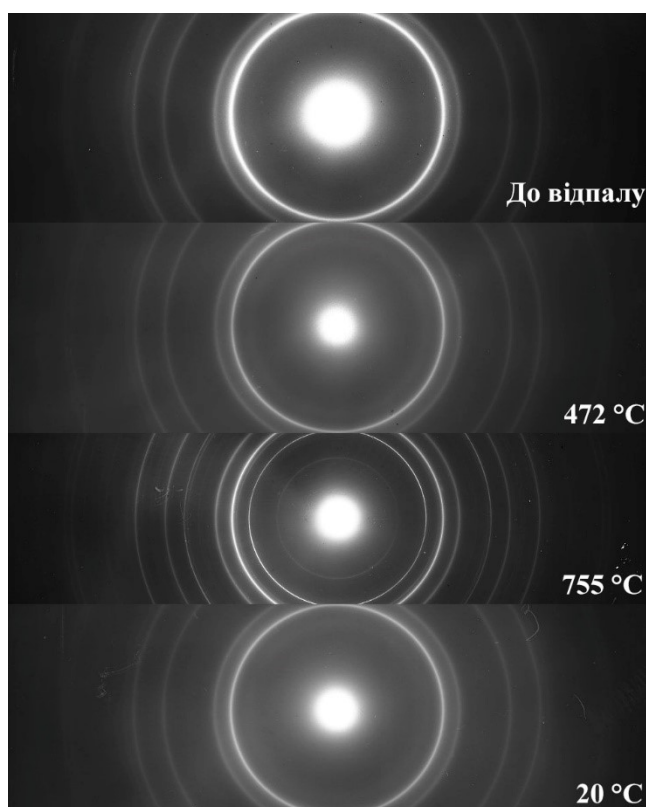


Рисунок 3.2 – Електронограми плівкової системи Cu/Cr/Ni при різних температурах відпалу

На електронограмах зразків, що пройшли термічну обробку при температурах 472 °С, 755 °С спостерігаємо як вихідні фази Ni, Cu та Cr, так і утворення оксидів  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_3\text{O}_5$ .

Для детального дослідження було порівняно, електронограми тонкоплівкової системи Cu/Cr/Ni в вихідному стані та при температурі 472 °С (рис. 3.3).

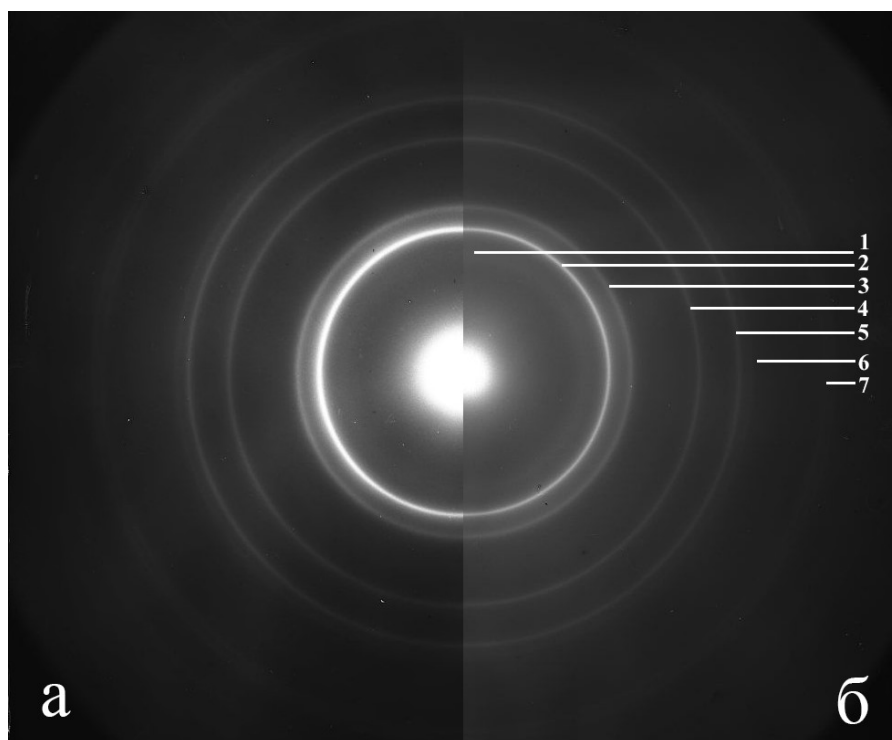


Рисунок 3.3 – Електронограми тонкоплівкової системи Cu/Cr/Ni у вихідному стані (а) та при температурі 472 °С (б)

При дослідженні електронограм, було використано дані таблиць ASTM всіх можливих з'єднань та оксидів для системи Cu/Cr/Ni, результати відображено в таблиці 3.2. Результати розшифровки електронограм для плівкових композицій після відпалу при температурі 472 °С показали, що у структурі даних плівкових композицій все ще присутні ОЦК-фаза Cr та ГЦК-фаза Cu, але можна спостерігати появу рефлекса (210), що є характерним для фази  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ .

Таблиця 3.2 – Результат електронограми системи Cu/Cr/Ni при температурі відпалу 460 °C

№ лінії	Індекси відбиття hkl	Міжплощинна відстань, $d_{hkl}$ , Å	Діаметр кільця, $D_{hkl}$ , мм	Стала приладу, C, Å×мм	Фаза
1	110	3,65	14,5	53,02	CrO
2	111/110	2,76	19,2		CuNi/Cr
3	200	2,52	21		CuNi
4	210	2,21	24		Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
5	220	2,12	25		CuNi
6	311	1,84	28,8		CuNi
7	222/220	1,68	31,4		CuNi/Cr

Далі на рис. 3.4 представлено електронограми тонкоплівкової системи Cu/Cr/Ni у вихідному стані та при температурі 755 °C.

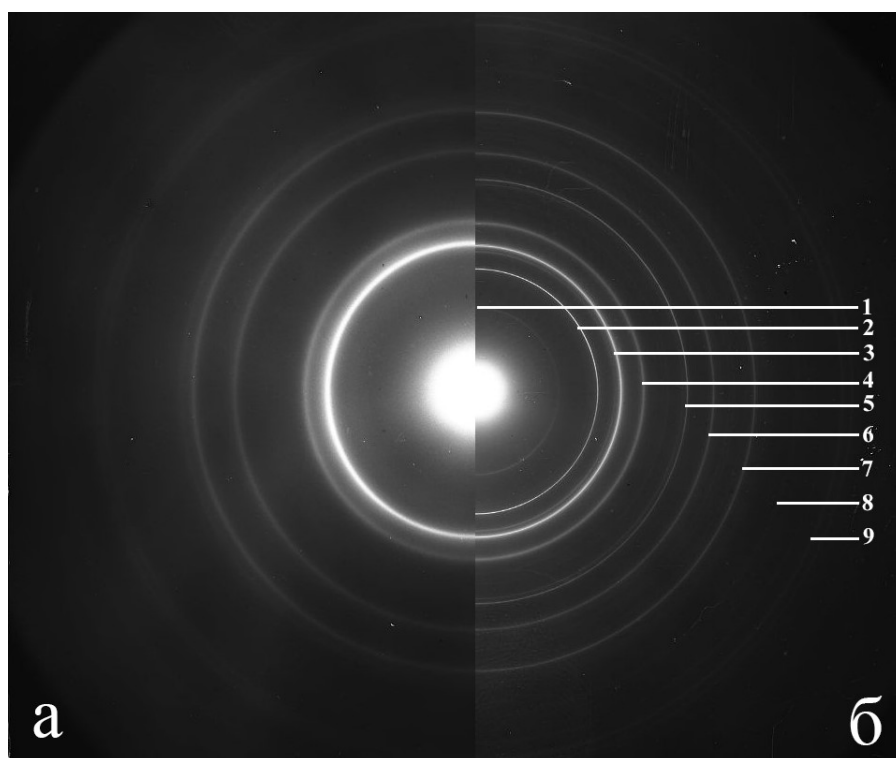


Рисунок 3.4 – Електронограми плівкової системи Cu/Cr/Ni в вихідному стані (а) та при температурі 755 °C (б)

Розшифрування електронограми подано в таблиці 3.3.

Таблиця 3.3 – Результат електронограми системи Cu/Cr/Ni при температурі відпалу 755 °С

№ лінії	Індекси відбиття hkl	Міжплощинна відстань, $d_{hkl}$ , Å	Діаметр кілець, $D_{hkl}$ , мм	Стала приладу, C, Å×мм	Фаза
1	012	3,65	14,5	53,02	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
2	110	2,76	19,2		CuO
3	111	2,52	21		Cr
4	113	2,21	24		Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
5	111	2,12	25		Cu
6	200	1,84	28,8		CrO
7	116	1,68	31,4		CrO <sub>3</sub>
8	220	1,48	35,7		CuNi
9	311	1,44	36,6		CuNi

Спостерігається чітка зміна фазового складу. З'являється велика кількість оксидів хрому: рефлекси (012), (113), (116). Оксиди міді відновлюються. По розшифрованим даним можна зробити висновок, що плівка при високій температурі починає окислюватися, утворюючи фази Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> та CrO<sub>3</sub>, а також з'являється твердий розчин CuNi, що пояснює підвищення питомого електроопору. Протягом відпалу спостерігається зміна періоду ґратки міді від 3,632 Å до 3,712 Å, це свідчить про те, що певна частина Cu розчинилася, а інша утворила оксид.



### 3.3 Вимірювання питомого опору досліджуваної системи

За допомогою резистометричного методу дослідження і вакуумно універсального посту 5 було отримано залежності опору системи Cu/Cr/Ni від температури.

Перший відпал при температурі 288 °С показав (рис. 3.7) різке зменшення опору. При нагріванні далі спостерігаємо поступове збільшення опору, із виходом на поличку у приблизно 80 кОм/мм. При охолодженні спостерігаємо незначні коливання значень опору, аж до повернення його у вихідний стан.

Після повторного відпалу, результати якого зображені на рисунку 3.8, спостерігаємо незначне збільшення електричного опору, що обумовлено окисленням. Вважається вірогідним що підвищення питомого опору після другого відпалу у вакуумі пов'язано із подальшим формуванням оксидів хрому.

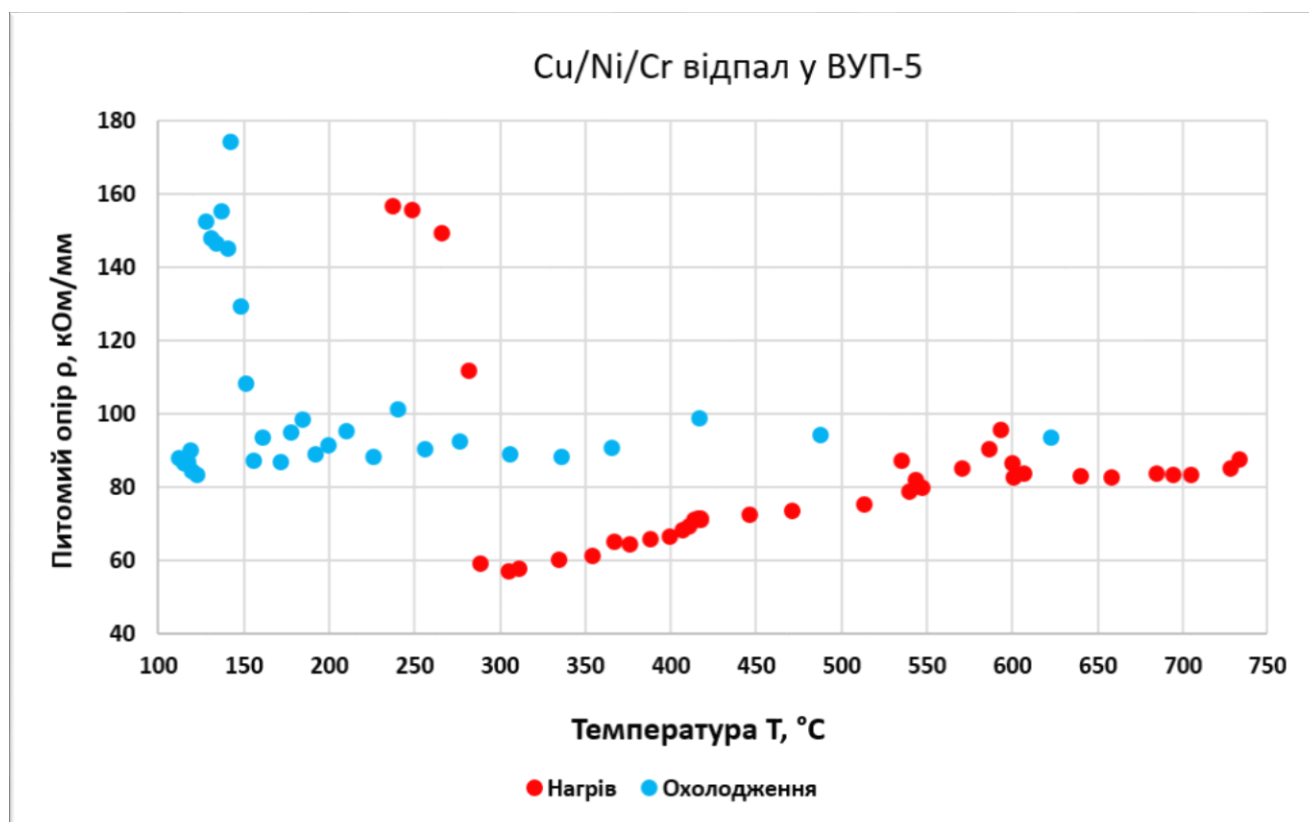


Рисунок 3.7 – Залежність питомого опору від температури відпалу

Термодинамічно оксиди міді не утворюються. Підсумовуючи, результатами дослідження показано високу термічну стабільність за температур 300 °С - 700 °С. Значення питомого опору тонкошарової плівки поступово зменшується при нагріванні, а міжкристалітний підшар, навпаки, збільшується. Відпал і формування оксидів не впливають на значення опору.

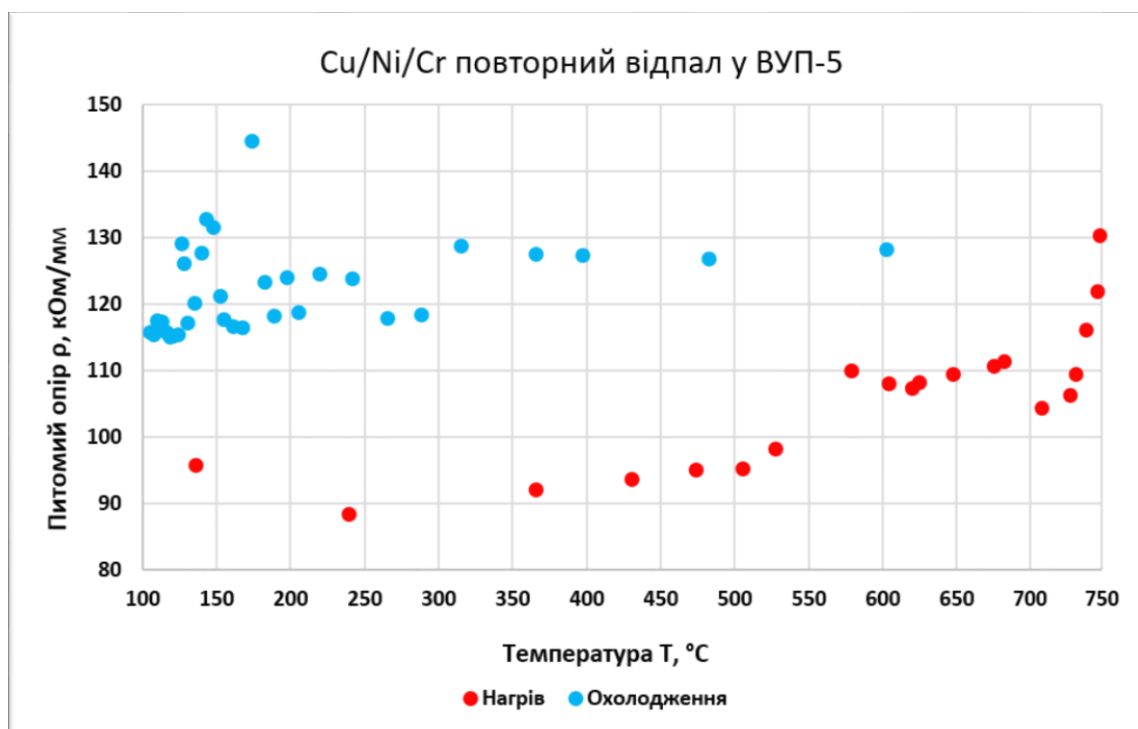


Рисунок 3.8 – Залежність опору від температури після повторного відпалу

Термічна стабільність вакуумних конденсатів та структури фазового складу системи зберігається до температури 570 °С. При температурах вище 600 °С настає період формування кристалічних фаз оксидів хрому, таких як  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  та  $\text{Cr}_2\text{O}_5$ , що має незначний вплив на значення опору.

### 3.4 Визначення пошарового розподілу компонентів досліджуваної системи методом ВІМС

Зйомка проводилась на мас-спектрометрі МС-7201М. Зразками для пошарового аналізу є багатошарова тонкоплівкова структура Cu/Cr/Ni із товщиною кожного шару – 20 нм (рисунок 3.9). В якості первинного пучка

використовувались позитивні іони аргону з енергією 5 кеВ, струм розряду іонної пушки складав 0,4 мА, струм первинного пучка на зразку –15 мкА (розрахункова густина струму 2,5 мкА/мм<sup>2</sup>). Вихідний вакуум в робочій камері спектрометра  $P_0=3,5 \times 10^{-5}$  Па. Так як отвір у аноді іонної пушки збільшено і діаметр іонного пучка перевищує стандартний діаметр коліматору установки, маска на зразки не використовувалась. В якості підкладки використовувався ситал СТ-50-2, який перед напиленням не прогрівали.

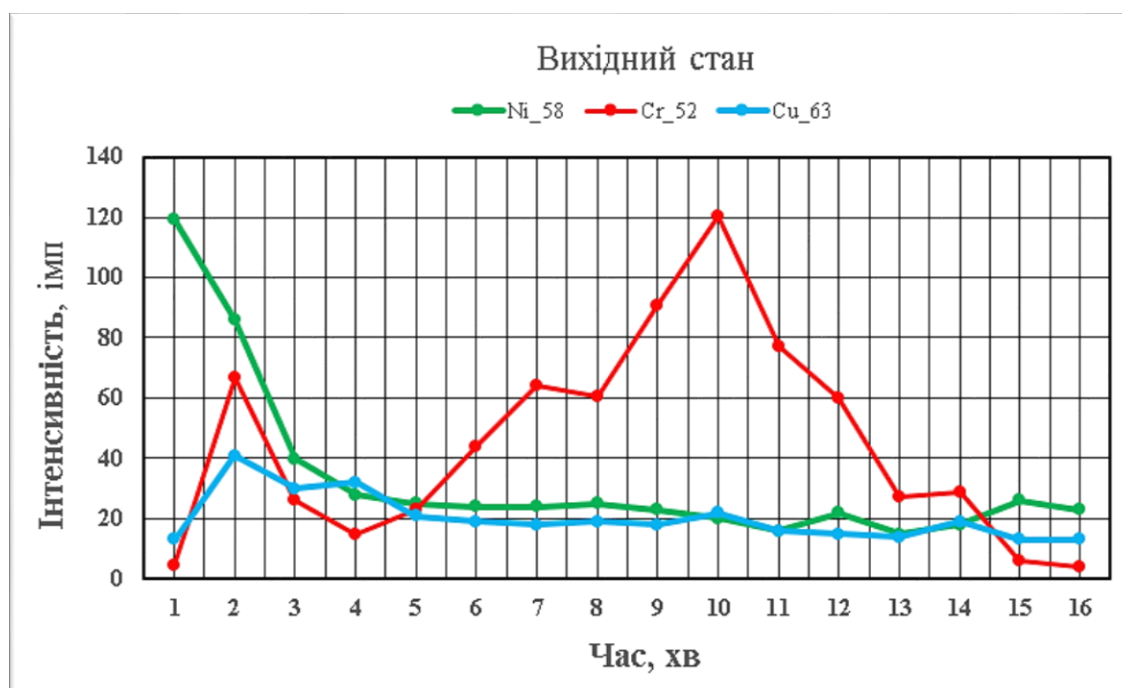


Рисунок 3.9 – Вихід вторинних іонів Ni<sup>+</sup>, Cr<sup>+</sup>, Cu<sup>+</sup> з досліджуваних зразків у вихідному стані

Максимум сигналу по хрому приходить на 10 хв іонного травлення. Другий зразок (рис. 3.10) має той же склад, але дослідження проводилося після нагріву, витримки у дві хвилини та охолодження. Максимальна температура нагріву становила 750 °С.

Після відпалу спостерігаємо незначне збільшення часу для досягнення максимальної інтенсивності. Це обумовлюється початком дифузійних процесів по межах зерен у системі Cu/Cr/Ni, а також початком взаємодії плівки з підкладкою, і виникненням дефектів, випадково розподілених по всій

поверхні. Середня швидкість травлення становить 2 нм/хв. Травлення проводилося до характерного падіння сигналу контрольованих іонів.

Результат дослідження зразків після обробці у плазмі Аргону протягом 15 хвилин можна спостерігати на рисунку 3.11.

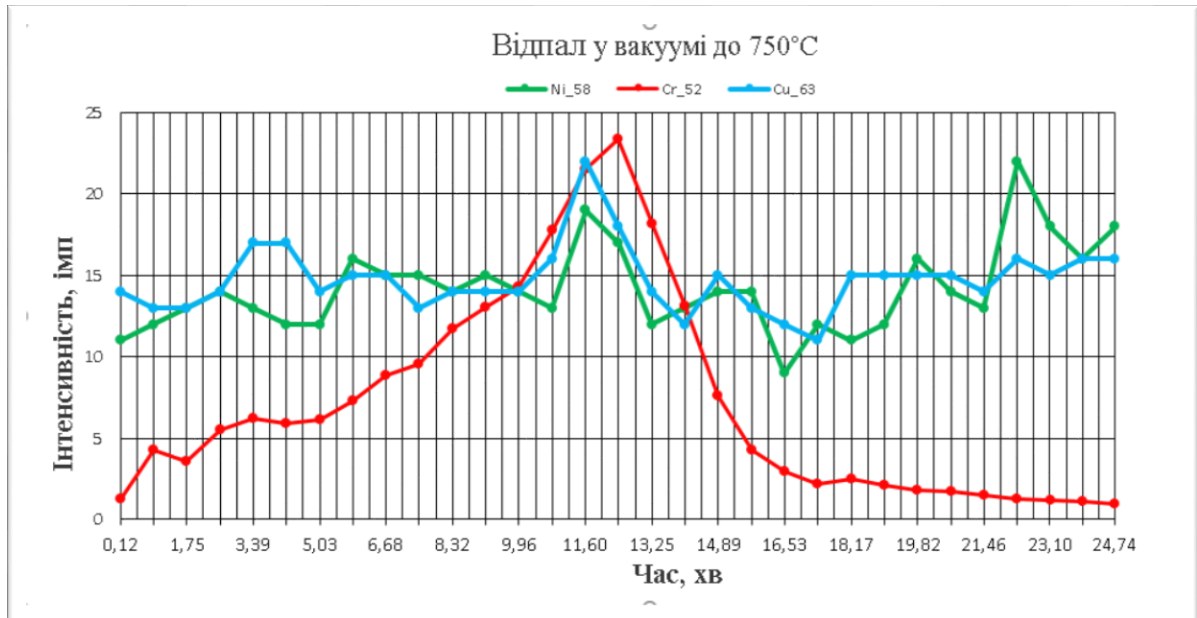


Рисунок 3.10 – Вихід вторинних іонів при відпалі у вакуумі до 750 °C

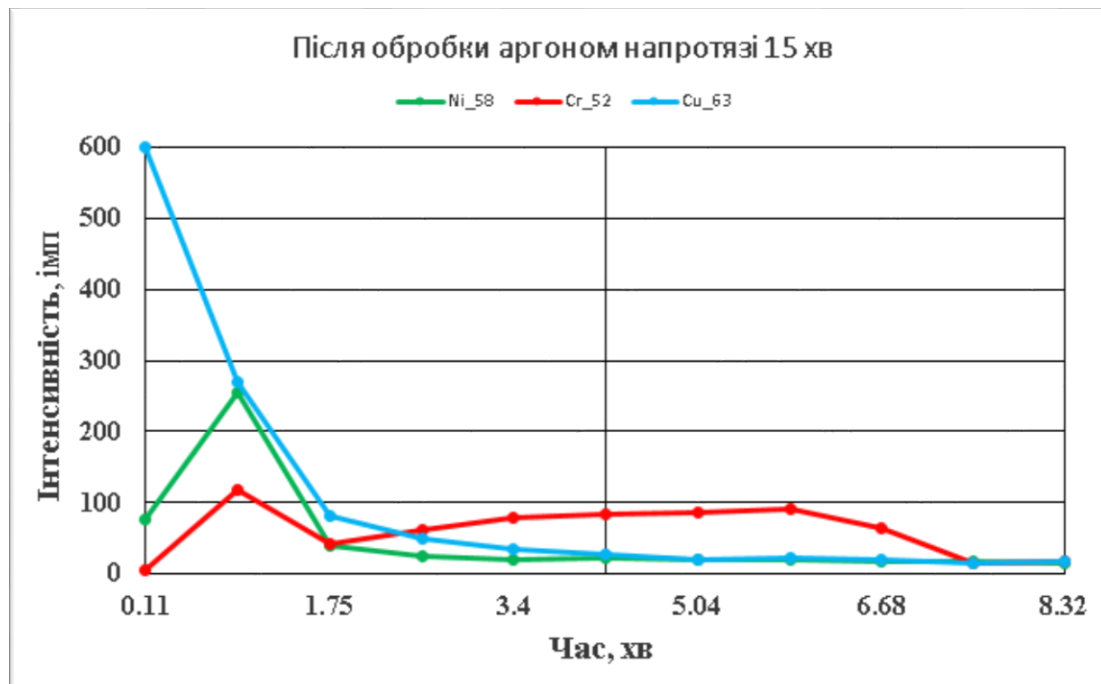


Рисунок 3.11 – Вихід вторинних іонів півки Cu/Cr/Ni після обробки у плазмі Аргону

Як бачимо, час досягнення максимальної інтенсивності сигналу значно менше після аргонної обробки, а саме  $\sim 1,5$  хвилини. Ця зміна пов'язана з тим, що швидкість розпилення оксидних фаз значно вище ніж чистих компонентів.

Оксидні фази формуються в системі за рахунок присутності кисню як в залишковій атмосфері, так і в напилених конденсатах. Це також впливає на загальний час травлення, який приблизно удвічі менший, ніж за аналогічного травлення плівок товщиною 60 нм, і становить – 8 хв – 10 хв.

### **3.5 Висновки до розділу 3**

1.Методом вакуумного осадження було отримано зразки системи Cu/Cr/Ni товщиною 20 нм.

2.Методом високовольтної дифракції електронів і відпалу показано, наявність оксидних фаз хрому, формування яких у системі Cu/Cr/Ni починається за температури 500 °C і вище.

3.Резистометричним методом була показана термічна стабільність вакуумних конденсатів та структури фазового складу системи за температур 300 °C - 700 °C.

4.Вторинно-іонна мас-спектроскопія показала наявність трьох компонентів та оксидних фаз у системі після відпалу.

## **4 ОРГАНІЗАЦІЙНО-ЕКОНОМІЧНА ЧАСТИНА**

### **4.1 Науково-технічна актуальність теми дослідження**

Вирішальним фактором підвищення ефективності суспільного виробництва є прискорення науково-технічного прогресу. Каталізатором прогресу є електроніка, радіопромисловість, приладобудування, тобто весь комплекс галузей, створюючих технічну базу для автоматизації і управління виробництвом [29].

За рахунок мінімізації приладів, багат шарові тонкоплівкові матеріали набувають широкого використання при створенні мікроелектроніки та сенсорної техніки.

### **4.2 Мета та завдання НДР**

Мета даної роботи полягає у дослідженні термічної стабільності фазового складу та електрофізичних властивостей вакуумно-конденсованих шарів Cu/Cr/Ni до та після відпалу у вакуумі.

Для досягнення поставленої мети мають бути вирішені наступні задачі:

- 1) аналіз та опрацювання літературних джерел, зокрема по дослідженню тонкоплівкових структур Cu/Cr/Ni;
- 2) вивчення та освоєння методики отримання, обробки та дослідження термооброблених тонкоплівкових структур;
- 3) дослідження та опис структурно-фазного перетворення тонкоплівкових структур Cu/Cr/Ni;
- 4) аналіз результатів та формування висновків.

### **4.3 Розрахунок планової собівартості НДР**

Робота виконувалася на кафедрі фізики металів в КПІ ім. Ігоря Сікорського. Планова собівартість виконання НДР відображає рівень матеріальних та трудових витрат, а її планування забезпечує отримання необхідних результатів при мінімальних витратах. Обчислення собівартості НДР здійснюється за наступними калькуляційними статтями [30]:

- 1) витрати на оплату праці;
- 2) визначення розміру єдиного соціального внеску;
- 3) вартість матеріалів необхідних для проведення досліджень;
- 4) витрати на спеціальне обладнання;
- 5) витрати на службові відрядження;
- 6) інші прямі невраховані витрати по темі;
- 7) накладні витрати.

#### **4.3.1 Витрати на оплату праці**

Розрахунок витрат основної заробітної плати ведеться на основі даних по трудомісткості виконання окремих етапів НДР та денної заробітної плати виконавців. Розрахунок трудомісткості НДР ведеться в людино-днях (табл. 4.1).

У якості дослідників в даній НДР приймали участь: відповідальний виконавець теми (провідний науковий співробітник), інженер-дослідник, лаборант.

Денні зарплати визначаються як відношення місячного окладу до умовного місяця (для НДР з п'ятиденним робочим тижнем складає 21,2 дня).

Таблиця 4.1 – Трудомісткість окремих етапів проведення НДР [30]

Етапи НДР	Трудомісткість, людино/день		
	Провідний науковий співробітник	Інженер-дослідник	Лаборант
1. Постановка задачі та визначення напрямів дослідження	1	3	-
2. Аналіз публікацій	-	15	-
3. Розробка методики проведення робіт	6	9	7
4. Підготовка обладнання	-	-	3
5. Виготовлення зразків	-	5	3
6. Проведення зйомок та відпалу у вакуумі	5	10	10
7. Дослідження фазового складу зразків до та після відпалу	7	15	-
8. Резистометрія	-	10	10
9. Обробка результатів	-	25	7
10. Обговорення результатів	5	5	5
11. Оформлення роботи	1	17	-
Разом	25	114	45

Перемножуючи середньоденну заробітну плату за кожною категорією виконавців на відповідну планову трудомісткість робіт, розраховується плановий фонд заробітної плати всіх виконавців. Результати розрахунку фонду заробітної плати з теми зведено у таблиці 4.2 [29].



Таблиця 4.2 – Розрахунок витрат на оплату праці [29]

Посада виконавців теми	Планова трудомісткість, люд-днів	Заробітна плата, грн		
		Посадовий місячний оклад	Середньоденна зарплата	Усього за виконавцями
1. Провідний науковий співробітник	25	12828	605,09	15127,25
2. Інженер-дослідник	114	6646	313,49	35737,86
3. Лаборант	45	4480	211,32	9509,4
Разом		60374,51		

#### 4.3.2 Відрахування до єдиного внеску

Єдиний соціальний внесок – це обов’язкове відрахування на загальнодержавне соціальне страхування. З 1 січня 2016 р. ставка ЄСВ складає 22 %. Базою для нарахування ЄСВ слугують загальні витрати на оплату праці (підсумок по табл. 4.2).

Відрахування до єдиного соціального внеску складає 22 % від суми загальної заробітної плати:  $V_{\text{ЄСВ}} = 60374,51 \times 0,22 = 13282,4$  грн

#### 4.3.3 Вартість спеціального устаткування

Кількість основних і допоміжних матеріалів, які витрачаються на виконання НДР, вартість матеріалів та витрати на них приведені в табл. 4.3.

Таблиця 4.3 – Розрахунок витрат на основні та допоміжні матеріали [30]

Найменування матеріалів	Одиниця виміру	Кількість	Ринкова ціна за одиницю, грн.	Сума, грн.
1. Чистий Ni	кг	1	288,69	288,69
1. Чистий Cu	кг	1	240	240,00
2. Чистий Cr	кг	1	294	294,00
3. Фотопапір в пачках	шт.	1	30,00	30,00
4. Проявник	літр	1,5	48,2	48,20
5. Фіксаж	літр	1,5	45	45,00
6. Мастило вакуумне	кг	0,2	20,00	20,00
7. Листова фотоплівка	шт.	2	19,00	38,00
8. Фотоплівка в катушках	шт.	3	30	90,00
В цілому				1093,89

Транспортно-заготівельні витрати ( $T_B$ ) складають 10 % від планової вартості загальних витрат на матеріали:  $T_B = 1093,89 \times 0,1 = 109,39$  грн

У такому разі загальна сума витрат на закупівлю матеріалів та їх транспортування буде становити:  $V_M = 1093,89 + 109,39 = 1203,28$  грн.

#### **4.3.4 Витрати на спеціальне обладнання**

При виконанні НДР усі роботи проводилися тільки з використанням наявного обладнання в лабораторіях Національного технічного університету України «Київського політехнічного інституту імені Ігоря Сікорського».

#### **4.3.5 Вартість послуг сторонніх організацій**

У виконанні даної НДР сторонні організації не участі не приймали.

#### **4.3.6 Визначення витрат на службові відрядження**

При виконанні НДР усі роботи проводилися в лабораторіях Національного технічного університету України «Київського політехнічного інституту імені Ігоря Сікорського».

#### **4.3.7 Інші прямі невраховані витрати**

Прямі невраховані витрати становлять 10 % від суми витрат на заробітну плату, суми відрахувань до єдиного соціального внеску, витрат на матеріали:  
 $I_B = (60374,51 + 13282,4 + 1203,28) \times 0,1 = 7486,019$  грн.

#### **4.3.8 Розрахунок накладних витрат**

Сумарна величина накладних витрат включає в себе наступні статті [30]:

- 1) заробітна плата адміністративно-управлінського, допоміжного персоналу з єдиним соціальним внеском;
- 2) витрати по утриманню та експлуатації виробничих площ;
- 3) вартість придбання, витрати на утримання та експлуатації устаткування та приладів універсального характеру;
- 4) витрати по охороні праці та техніці безпеки;
- 5) витрати на підготовку кадрів;
- 6) витрати на силову електроенергію;
- 7) інші витрати.

Відсоток накладних витрат складає 20 % від суми всіх прямих витрат за НДР. Таким чином для даної НДР сума накладних витрат складатиме:

$$H_B = (60374,51 + 13282,4 + 1203,28 + 7486,019) \times 0,2 = 16469,24 \text{ грн.}$$

#### 4.3.9 Визначення планової калькуляції собівартості НДР

Під калькуляцією собівартості розуміється розрахунок витрат на виконання НДР, які вказані у таблиці 4.4.

Таблиця 4.4 –Планова калькуляція собівартості НДР [30]

Найменування статей витрат	Умова призначення	Сума, грн.	Обґрунтування
Витрати на оплату праці науково-дослідницького персоналу	ФЗП	60374,51	За розрахунком
Відрахування до єдиного соціального внеску	В <sub>ЄСВ</sub>	13282,4	22 % від суми основної та додаткової зарплати
Витрати на матеріали	В <sub>М</sub>	1203,28	За розрахунком
Інші прямі невраховані витрати	І <sub>В</sub>	7486,019	10 % від прямих витрат
Накладні витрати	Н <sub>В</sub>	16469,24	20 % повної суми всіх прямих витрат
Разом:	В <sub>НДР</sub>	98815,449	Сума всіх попередніх

#### 4.4 Розрахунок показників економічної ефективності

Для визначення очікуваних результатів та показників економічної ефективності користуються «бальною» методикою. Згадана методика застосована на оцінці ймовірної ефективності роботи за шкалами важливості розробки, можливості використання результатів, теоретичної важливості та рівня новини дослідження і нарешті, за шкалою складності розробки [29].

Для визначення річного економічного ефекту скористаємося бальною системою оцінювання економічної ефективності за наступними показниками:

- 1) важливість розробки ( $K_1$ );
- 2) можливість використання результатів розробки ( $K_2$ );
- 3) теоретичне значення та рівень новизни ( $K_3$ );
- 4) складність дослідження ( $K_4$ ).

Коефіцієнт  $K_1$  може приймати наступні значення:

- 1) ініціативна робота, яка не входить до складу комплексної програми та не є завданням директивних органів – 1 бал;
- 2) робота виконується за угодою про науково-технічне співробітництво – 3 бали;
- 3) робота являє собою частину відомчої програми – 5 балів;
- 4) робота являє собою частину комплексної міжвідомчої програми з елементами впровадження результатів – 7 балів;
- 5) робота є частиною міжнародної комплексної програми – 8 балів.

Коефіцієнт  $K_2$  може приймати такі значення:

- 1) результати розробки можна використати тільки в даному підрозділі – 1 бал;
- 2) результати розробки можуть бути використані тільки однією організацією – 3 бали;
- 3) результати розробки можуть бути використані багатьма організаціями – 5 балів;

4) результатами розробки можуть користуватися споживачі в межах однієї галузі – 8 балів;

5) результатами розробки можуть користуватися споживачі в різних галузях – 10 балів.

Коефіцієнт К3 може приймати такі значення:

1) робота являє собою аналіз, узагальнення або класифікацію відомої інформації, подібні результати раніше були відомі в досліджуваній галузі – 2 бали;

2) під час виконання роботи отримана нова інформація, яка доповнює уявлення про сутність досліджуваних процесів – 3 бали;

3) внаслідок виконання роботи отримана нова інформація, яка частково змінює уявлення про природу досліджуваних процесів – 5 балів;

4) внаслідок виконання НДР створені нові теорії, методики або щонебудь подібне – 6 балів;

5) отримана інформація формує принципово нові уявлення, які не були відомі раніше – 8 балів.

Коефіцієнт К4 може приймати такі значення:

1) роботу виконує один підрозділ, витрати до 10000 гривень – 1 бал;

2) роботу виконує один підрозділ, витрати від 10000 до 50000 гривень – 3 бали;

3) роботу виконує один підрозділ, витрати від 50000 до 100000 гривень – 5 балів;

4) робота виконується багатьма підрозділами, витрати від 100000 до 200000 гривень – 7 балів;

5) робота виконується багатьма організаціями, витрати більше 200000 гривень – 9 балів.

Бальна оцінка економічної ефективності даної науково-дослідної роботи наведена у таблиці 4.5.

Таблиця 4.5 – Результати бальної оцінки річної економічної ефективності НДР [30]

Позначення показник ефективності НДР	Сутність показників	Характеристика НДР	Бальна оцінка ефективності
$K_1$	Важливість розробки	Робота виконується за угодою про науково-технічне співробітництво	3
$K_2$	Можливість використання результатів	Результати розробки можуть бути використані багатьма організаціями	5
$K_3$	Теоретична значимість та рівень новини	Під час виконання роботи отримана нова інформація, яка доповнює уявлення про сутність досліджуваних процесів	3
$K_4$	Складність розробки	Роботу виконує один підрозділ, витрати від 50 000 до 100 000 гривень	5

Загальна оцінка  $B$  визначається за формулою 4.1 як добуток коефіцієнтів:

$$B = K_1 \times K_2 \times K_3 \times K_4 \quad (4.1)$$

В нашому випадку бальна оцінка ефективності згідно табл. 4.2 становить:

$$B = 3 \times 5 \times 3 \times 5 = 225.$$

Умовний річний економічний ефект науково-дослідної роботи визначається:

$$E_{\text{НДР}} = 500 \times B - E_{\text{Н}} \times B_{\text{НДР}}, \quad (4.2)$$

де 500 – умовна вартість одного балу, грн.;

$E_{\text{Н}}$  – нормативний коефіцієнт економічної ефективності ( $E_{\text{Н}} = 0,1-0,3$ , для нашого розрахунку обираємо  $E_{\text{Н}} = 0,2$ );

$B_{\text{НДР}}$  – витрати на виконання НДР (планова річна кошторисна вартість виконання НДР).

Таким чином, умовний економічний ефект становить:  
 $E_{\text{НДР}} = 500 \times 225 - 0,2 \times 98815,449 = 99736,9102$  грн.

Коефіцієнт економічної ефективності розраховується за формулою 4.3:

$$E_{\text{е}} = E_{\text{НДР}} \div B_{\text{НДР}} \quad (4.3)$$

$$E_{\text{е}} = 99736,9102 \div 98815,449 = 1,05$$

Отримана розрахункова величина коефіцієнта економічної ефективності НДР свідчить про доцільність виконання даної роботи (більше одиниці).

#### 4. 5 Висновки до розділу 4

1. В розділі чітко обґрунтовано науково-технічну актуальність виконання досліджень по даній темі.

2. Розраховано планову річну собівартість (98815,449 грн) та величину коефіцієнта умовної економічної ефективності проведення роботи ( $E_{\text{е}}=1,05$ ), це означає, що робота є високої ефективності та доречна для подальших досліджень.



## **5 ОХОРОНА ПРАЦІ**

Метою розділу є аналіз шкідливих та небезпечних факторів в робочому приміщенні, умов, що можуть привести до травмування в процесі НДР, розробка заходів спрямованих на усунення небезпечних факторів.

### **5.1 Правові та організаційні основи охорони праці**

Основні положення щодо реалізації конституційного права працівників на охорону їх життя і здоров'я в процесі трудової діяльності, регулювання за участю відповідних державних органів відносин між роботодавцем і працівником з питань безпеки, гігієни праці та виробничого середовища визначаються основоположним документом в галузі охорони праці, а саме Законом України «Про охорону праці» [32].

Відповідно до ст. 13, Закону України «Про охорону праці». Роботодавець зобов'язаний створити на робочому місці в кожному структурному підрозділі умови праці відповідно до нормативно-правових актів, а також забезпечити додержання вимог законодавства щодо прав працівників у галузі охорони праці [33].

Відповідно до ст. 14, Закону України «Про охорону праці». Працівник зобов'язаний [34]:

- 1) дбати про особисту безпеку і здоров'я, а також про безпеку і здоров'я оточуючих людей в процесі виконання будь-яких робіт чи під час перебування на території підприємства;
- 2) знати і виконувати вимоги нормативно-правових актів з охорони праці, правила поведінки з машинами, механізмами, устаткуванням та іншими засобами виробництва, користуватися засобами колективного та індивідуального захисту;
- 3) проходити у встановленому законодавством порядку попередні та періодичні медичні огляди.

Згідно зі статтею 15 № 5459-VI від 16.10.2012 «Про охорону праці» на підприємстві з кількістю працюючих 50 і більше осіб роботодавець створює службу охорони праці відповідно до типового положення, що затверджується спеціально уповноваженим центральним органом виконавчої влади з питань нагляду за охороною праці [35].

В КПІ ім. Ігоря Сікорського начальником відділу охорони праці є Луцик Е. Г. Відповідальний факультету за охорону праці – Лобода П. І., на кафедрі ФМ – Васільєв С. Б., в науково-дослідній лабораторії 403 навчального корпусу № 19 – Мазур А. І.

## **5.2 Аналіз параметрів приміщення**

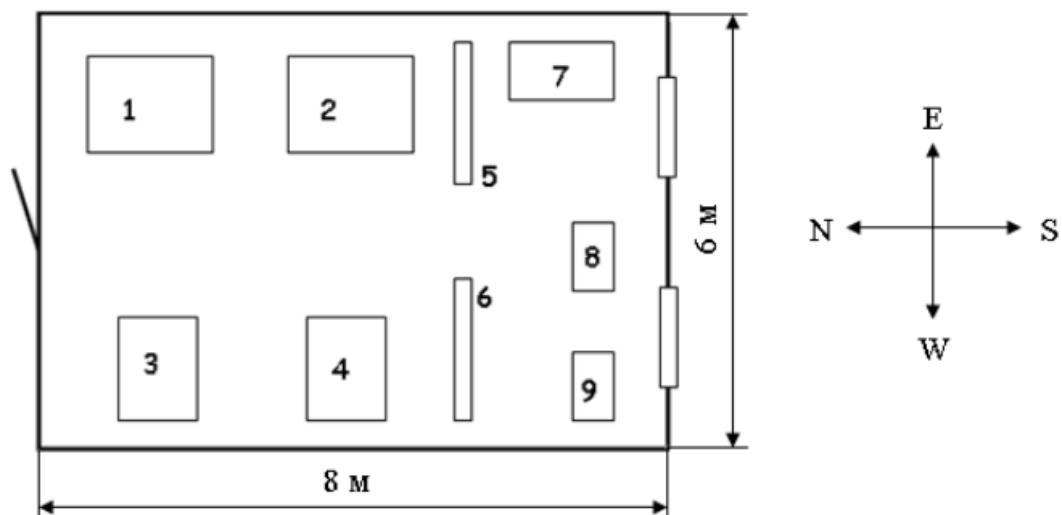
НДР проводилася на кафедрі лазерної техніки та фізико-технічних технологій КПІ ім. Ігоря Сікорського в лабораторії електронографії № 403, корпус № 19. Схематичний план-схема лабораторії представлено на рис. 5.1.

Розміри лабораторії: ширина – 6 м, довжина – 8 м, висота – 3,8 м. Розміри вікон: ширина – 2,7 м, висота – 2,5 м.

Лабораторія, в якій працює двоє людей, має площу  $48 \text{ м}^2$ , об'єм  $182 \text{ м}^3$ . Площа, яка приходить на одну людину –  $24 \text{ м}^2$ , об'єм –  $91 \text{ м}^3$ .

Відповідно до ДСПН 3.32-007-98 [36], де на одну людину приходить не менше  $6 \text{ м}^2$  площі та  $20 \text{ м}^3$  об'єму, лабораторія відповідає нормам.

Оптимальні і допустимі показники температури, відносної вологості та швидкості руху повітря (табл. 5.1) в робочій зоні в залежності від пори року та категорії важкості робіт встановлюють — «Санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень» ДСН 3.3.6.042-99 [37].



1 – електронограф ЕМР-100; 2 – електронний мікроскоп ЕМВ - 100Л;  
 3,4 – вакуумний універсальний пост ВУП-5М; 5 – шафа для інструментів;  
 6 – книжкова шафа; 7 – стіл письмовий; 8,9 – комп'ютер;

Рисунок 5.1 – План-схема лабораторії

Таблиця 5.1 – Мікроклімат робочої зони приміщення лабораторії та ДСН  
 3.3.6.042-99

Категорія робіт	Параметр мікроклімату	Період року	Нормовані значення		Факт.
			Оптим.	Допуст	
Легка 1 б	Температура, °С	Теплий	22-24	28-30	23
		Холодний	21-23	24-25	24
	Відносна вологість повітря, %	Теплий	40-60	55	57
		Холодний	40-60	75	55
	Швидкість руху повітря, м/с	Теплий	0,2	0,1-0,3	0,3
		Холодний	0,1	0,2	0,15

Результати дослідження та нормовані величини параметрів мікроклімату в робочій зоні приміщення лабораторії № 403 наведені в таблиці 5.1.

За важкістю робота відноситься до категорії 1б – легкі фізичні роботи, що виконуються сидячи, стоячи або зв'язані з ходьбою і не потребують важких систематичних фізичних навантажень.

Параметри мікроклімату в даному приміщенні знаходяться у межах допустимих норм.

### **5.3 Аналіз освітленості приміщення**

Правильно підібране освітлення забезпечує сприятливі умови роботи. В залежності від джерел світла розрізняють природне, штучне, та суміщене освітлення, при якому недостатнє за нормами природне освітлення доповнюється штучним. В свою чергу природне освітлення поділяється на верхнє, бокове та комбіноване, яке поєднує верхнє та бокове освітлення [38].

Природне освітлення стимулює фізіологічні процеси, підвищує обмін речовин, покращує загальний розвиток організму, має психологічну дію, створюючи відчуття безпосереднього зв'язку з довкіллям. Сонячне випромінювання зігріває та знезаражує повітря. Недостача даного виду освітлення призводить до зниження працездатності людей та поширення збудників хвороб [38].

Штучне освітлення може бути загальним, місцевим та комбінованим. Загальне освітлення використовується для забезпечення загального рівномірного або загального локалізованого освітлення. Місцеве освітлення здійснюється з метою концентрації світлового потоку безпосередньо на робочих місцях. Комбіноване освітлення застосовується при високоточних роботах та включає в себе загальне та місцеве освітлення [38].

В лабораторії № 403 використовується система сумісного освітлення, де в світлий час доби використовується природне (наявність трьох вікон, які

забезпечують кімнату світлом) та штучне освітлення (люмінесцентні лампи). Для місцевого освітлення використовуються лампи розжарювання.

Згідно з ДБН В.2.5-28-2006 [39] за характеристикою зорової праці НДР відноситься до робіт середньої точності з найменшим розміром об'єкта розпізнавання від 0,5 до 1,0 (IV розряд зорової праці, підрозряд —all) За таких умов нормативне значення освітленості дорівнює 300 лк – 750 лк.

#### **5.4 Аналіз впливу шуму та вібрацій**

Основним джерелом шуму та вібрацій в лабораторії є форвакуумний насос ВУП-5, рівень шуму якого складає 48 дБ. За походженням шум поділяється на електромагнітний (електроустаткування) та механічний (розривна машина).

Вібрація — це механічні коливання пружних тіл або коливальні рухи механічних систем. Вплив вібрації на людину залежить від її спектрального складу, напрямку дії, прикладення, тривалості впливу, а також від індивідуальних особливостей людини. При оцінці вібраційного впливу потрібно враховувати, що коливальні процеси притаманні живому організму [40].

Шум може викликати різні загально біологічні подразнення, патологічні зміни, функціональні розлади та механічні ушкодження. Під час роботи в шумних умовах продуктивність ручної роботи може знизитись до 60 %, а при розрахунках – до 50 %. При тривалій роботі в шумних умовах перш за все уражаються нервова та серцево-судина система та органи дихання [40].

При роботі всього устаткування рівень шуму може перевищувати допустимі норми ДСН 3.3.6.037-99, що призводить до виникнення профзахворювань. Згідно цих норм, загальний рівень шуму в приміщенні лабораторії не повинен перевищувати 75 дБа. Оскільки шум в лабораторії не перевищує встановлені норми, то шкідливого впливу на людину не відбувається.

Для зменшення шкідливого впливу виробничого шуму на працівників шумних виробництв застосовують звуко- і віброізоляцію, звуко- і вібропоглинання та глушники шуму, а також особистий захист.

## 5.5 Електробезпека в лабораторії

Відповідно до діючих правил побудови електричних пристроїв ПУЕ-2017 приміщення лабораторії за небезпекою електротравм відноситься до класу приміщень без підвищеної небезпеки [41]. Це сухі приміщення з оптимальною температурою повітря та струмонепровідною підлогою. Для виконання НДР, в лабораторії розташоване наступне електрообладнання: електронограф ЕМР–100, електронний мікроскоп ПЕМ – 125 К, дві установки ВУП - 5 та два комп'ютери. Електронограф живиться напругою 380 В, а решта електропристроїв – 220 В.

Причинами ураження електричним струмом є [41]:

- 1) пошкодження ізоляції (наприклад, розплавлений метал) та, як наслідок, доступність до струмоведучих частин обладнання;
- 2) поява напруги на відключених струмоведучих частинах внаслідок помилкового включення установки;
- 3) невиконання або неправильне виконання вимог техніки електробезпеки, неуважність при роботі.

Причинами ураження електричним струмом під час виконання трудового процесу з електрообладнанням є [41]:

- 1) випадковий дотик до струмоведучих частин, які перебувають під напругою, через відсутність засобів недоступності або безвідповідальне відношення до безпеки персоналу;
- 2) дотик до неструмоведучих частин електроприладів випадково потраплених під напругу через ушкодження ізоляції чи іншого ушкодження;
- 3) потрапляння під напругу під час проведення ремонтних робіт на відключених електроприладах через помилкове їх включення.

Вплив електричного струму на організм може мати небезпечні для здоров'я людини наслідки і навіть привести до смерті. Імовірність смертельного випадку при ураженні електричним струмом вища, ніж при інших причинах травматизму [41].

Напруга доторкання і токи, які протікають через тіло людини при нормальному (неаварійному) режимі електроустановки, для струму з частотою 50 Гц не повинні перевищувати значення:  $U_{\text{дот}} = 2,0 \text{ В}$  та  $I = 0,3 \text{ мА}$ .

Основними технічними заходами щодо попередження електротравм при замиканнях на корпус є [41]:

- 1) періодична перевірка стану ізоляції (пропускання в двічі більшу напругу струму по ізоляційним проводам);
- 2) недоступністю струмоведучих частин;
- 3) правильно виконане захисне заземлення, занулення.

Відповідно до ПУЕ-2017 [41] захисне заземлення – це навмисне електричне з'єднання з землею чи її еквівалентом металевих неструмовидних частин, які можуть опинитися під напругою .

Можливими випадками ураження електричним струмом у даній лабораторії є пошкодження ізоляції і заземлення устаткування та електричного обладнання, або при пошкодженні розетки та підвищеній вологості. Тому, під час роботи вкрай важливо дотримуватися техніки електробезпеки та слідкувати за приладами робочої зони.

## 5.6 Пожежна безпека

Відповідно до НАПБ Б.03.002-2007 [42] дана лабораторія за вибухопожежною та пожежною небезпеками відноситься до приміщень категорії В - пожежонебезпечна.

На випадок пожежі в приміщенні має бути пожежна сигналізація – система, що швидко виявляє місця виникнення пожежі, передає сигнал до пункту прийомів сигналів про пожежу, сповіщує персонал про виникнення пожежі, вмикає існуючі стаціонарні системи пожежогасіння.

До автоматичних систем пожежної сигналізації належать: теплові, димові, світлові й комбіновані сповіщувачі;

- 1) теплові автоматичні сповіщувачі реагують на підвищення температури навколишнього середовища.
- 2) димові сповіщувачі реагують на появу диму.
- 3) комбіновані сповіщувачі здатні одночасно реагувати на підвищення температури у навколишньому середовищі і появу диму.
- 4) світлові сповіщувачі мають фотоелемент, що реагує на ультрафіолетову або інфрачервону частину спектра полум'я.

На випадок пожежі в лабораторії є водопровід, вогнегасник вуглекислотно-брометиловий ВВБ-3, а на сходових клітках і в коридорах шухляди з піском, вогнегасники ВХП-10, ВП-1Б, пожежні крани. План евакуації в разі виникнення пожежі наведено на рис. 5.2:

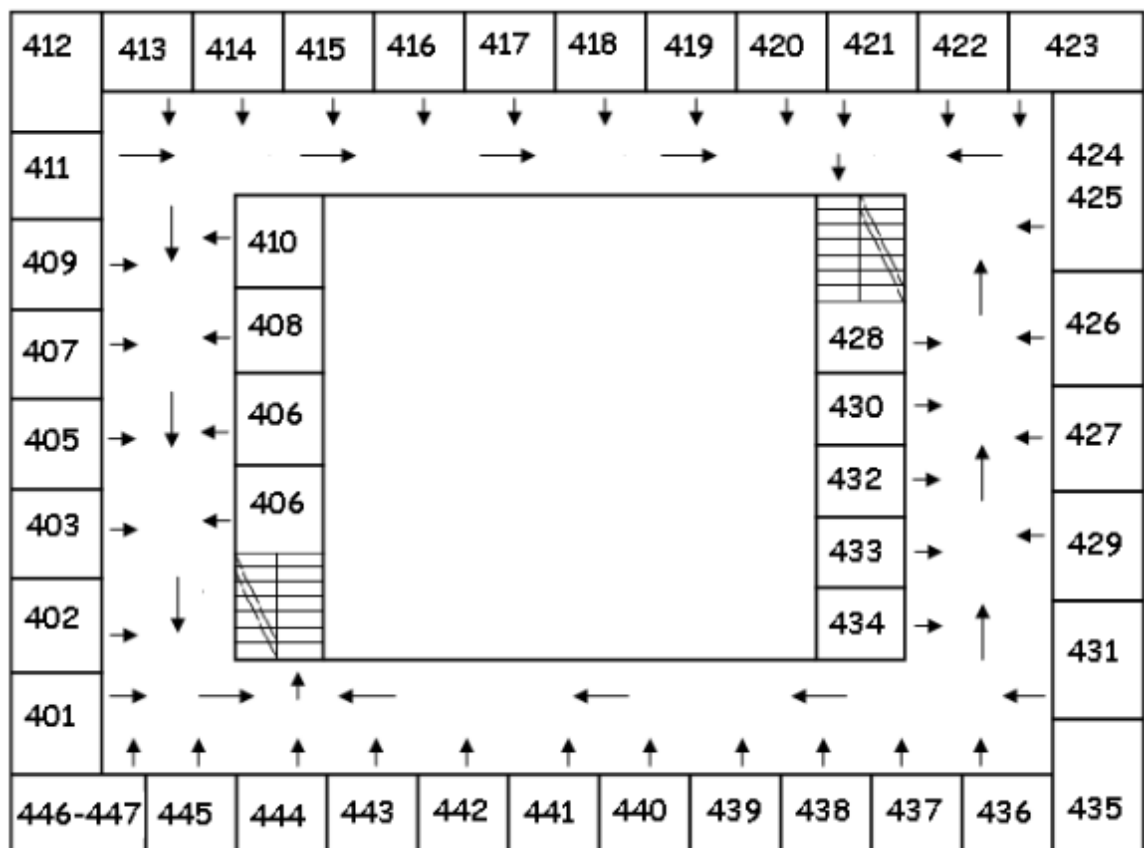


Рисунок 5.2 – План евакуації під час пожежі

Приміщення обладнане пожежною сигналізацією автоматичної дії комбінованого типу (оповісник КІ-1).



### **5.7 Висновки до розділу 5**

1. Проведено аналіз шкідливих, небезпечних факторів лабораторії № 403-19, де проводилась науково-дослідна робота.
2. Визначено, що освітлення, рівень шуму та вібрацій не перевищує заданих норм.
3. Лабораторія № 403-19 за пожежною безпекою, відноситься до приміщень категорії пожежонебезпечних, проте вона обладнана необхідними засобами сповіщення та пожежогасіння.

## ВИСНОВКИ

1. Аналіз літературних даних показав, що система Cu/Cr/Ni у тонкоплівковому стані вивчена не достатньо. Визначені характеристики структури та фазового складу у досліджуваній системі, відповідають сталому термодинамічному стану. Літературний огляд показав перспективність застосування системи Cu/Cr/Ni у вирішенні сучасних задач мікро-приладобудування та перспективність системи для побудови діаграми стану Cu/Cr/Ni в тонкоплівковому стані.

2. Показано перспективність застосування методики трансмісійної електронної мікроскопії, електронографії, резистометрії та ВІМС для дослідження фазових перетворень у системі Cu/Cr/Ni. Визначено оптимальні умови для отримання наночарових покриттів Cu/Cr/Ni методом термічного випаровування у вакуумі. Обґрунтовано застосування методу оптичної інтерференції для визначення товщини вакуумно-конденсованих покриттів з товщиною у нанометровому діапазоні.

3. Методом вакуумного осадження було отримано зразки системи Cu/Cr/Ni товщиною 20 нм.

4. Методом високовольтної дифракції електронів і відпалу показано, що фазові перетворення в системі Cu/Cr/Ni починаються за температури 570 °C і вище.

5. Резистометричний метод показав термічну стабільність вакуумних конденсатів та структури фазового складу системи. При температурах вище 500 °C настає період формування кристалічних фаз оксидів хрому, таких як Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> та Cr<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, що майже не впливає на значення опору. Вторинно-іонна мас-спектроскопія показала наявність трьох компонентів та оксидних фаз у системі після відпалу.

6. З економічної частини розраховано планову річну собівартість та величину коефіцієнта умовної економічної ефективності проведення роботи ( $E_e=1,05$ ), це означає, що робота є високоефективною та доречною для подальших досліджень.

7. Із розділу охорони праці визначено, що кількість освітлення, рівень шуму та вібрацій не перевищує заданих норм. Лабораторія № 403-19 за пожежною безпекою, відноситься до приміщень категорії В – пожежонебезпечна, проте вона обладнана необхідними засобами сповіщення та пожежогасіння.

## CONCLUSIONS

1. The analysis of literature data showed that the Cu/Cr/Ni system in thin-film state is not sufficiently studied. The specified characteristics of structure and phase composition in the studied system correspond to the stable thermodynamic state. The literary review demonstrated the promising use of the Cu/Cr/Ni system in solving modern problems of micro-instrument making and the promising system for constructing a diagram of the state of Cu/Cr/Ni in the thin-film state.

2. The prospect of application of the method transmission electronic microscopy, electronography, resistometry and secondary ion mass spectroscopy for the study of phase transformations in the system Cu/Cr/Ni is shown. The optimum conditions for obtaining Cu/Cr/Ni nanoparticles are determined by the method of thermal evaporation in a vacuum. The application of the method of optical interference for the determination of the thickness of the vacuum-condensed coatings with thickness in the nanometer range is substantiated.

3. Samples of the Cu/Cr/Ni system of thickness 20 nm were obtained by vacuum deposition method.

4. The method of high-voltage electron diffraction and annealing shows that phase transformations in the system Cu/Cr/Ni begin at a temperature of 570 °C and above.

5. The resistometry method showed the thermal stability of vacuum condensates and the structure of the phase composition of the system. At temperatures above 500 °C, the period of formation of crystalline phases of chromium oxides such as  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  and  $\text{Cr}_2\text{O}_5$  occurs, which almost does not affect the resistance value. Secondary ion mass spectroscopy showed the presence of three components and oxide phases in the system after annealing.

6. From the economic part, the planned annual cost and the ratio of the conditional economic efficiency of the work are calculated ( $E_e = 1,05 > 1$ ), which means that the work is highly effective and appropriate for further research.

7. From the section of labor protection, it is determined that the amount of lighting, noise and vibration does not exceed the prescribed standards. Laboratory № 403-19

for fire safety, refers to the premises of category B - fire hazard, but it is equipped with the necessary methods of notification and fire extinguishing.

## ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАННЯ

1. Масоперенесення у нанорозмірних шарах перехідних металів під дією йонно-плазмового оброблення. / А. К. Орлов, І. О. Круглов, І. Є. Котенко, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко – Металлофизика и новейшие технологии, 2017, - т. 39, No 3
2. Леонов М. П. Двойные и многокомпонентные системы на основе меди / М. П. Леонов, Н. Р. Бочвар, В. Г. Иванченко, –К.: Наукова думка, 1986.
3. Chakrabarti B. J. Alloy Phase Diagram / B. J. Chakrabarti, D. E. Laughlin / – 1984. –V.5,N1. –Р. 59 –68.
4. Кузнецов Г.М. Цветная металлургия / Г. М. Кузнецов, В. Н. Федоров, А. Л. Роднянская / 1977.- No 3.- С. 84 –86.
5. Н. П. Лякишев Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник / Под общ. Ред. Н. П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 1997. С. 112 –114.
6. Черепин В. Т. Методы и приборы для анализа поверхности материалов / В. Т. Черепин, М. А. Васильев. – К.: Наукова думка, 1982. –342 с.
7. Schmetterer C. A new investigation of the system Cr/Cu. / C. Schmetterer, H. Flandorfer, Klaus W. Richter // Science Direct. Intermetallics, 2007.- p. 869-884.
8. Волошко С. М. Исследование взаимной диффузии в тонкопленочной системе Cr-Cu-Ni-Au методом электронной оже-спектроскопии / С. М. Волошко, И. Н. Макеева, С. И. Сидоренко. –Металлофизика и новейшие технологии. - 1994. -16, No 10. -С.61-68.
9. Ezer, Y. Diffusion Barrier Performance of ThinCr Films in the Cr/Cu/Si Structure / Y. Ezer, J. Harkonen, V. Sokolov, J. Saarilahti //Materials Research Bulletin 33 (9) –1998. –Р. 1331 - 1337.
10. Козельская А. И. Влияние Барьерных Подслоев Cr и Ta На Термическую Стабильность Пленок Cu На Подложке Si / А. И. Козельская, А. О. Лязгин. –Томск : Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 2005.

11. Fang J. S. Evaluation of DC-sputtered glassy TaCoN thin film for copper metallization / J. S. Fang // *Electronic materials* –2007,–V.36, No. 11,P. 1462-1468.
12. Dannenberg R. TEM annealing study of normal grain growth in silver thin films / R. Dannenberg, E. Stach, J. R. Groza, // *Thin solid films*. –2000, V.379, P. 133-138.
13. Burinskas S. Synthesis of Cr/Cu Multilayer Thin Films Deposited by Unbalanced Magnetron Sputtering / S. Burinskas, J. Dudonis // *MATERIALS SCIENCE (MEDŽIAGOTYRA)*.–2009, –Vol. 15, No. 3.
14. O'Neill J. J. Cr–Cu and Cr–Cu–Cr Thin Films Metallization / J. O'Neill, J. L. Vossen // *RCA Comparison Journal of Vacuum Science & Technology* 10, 533. –1973. –doi: 10.1116/1.1318059.
15. Payne A. P. Metastable copper-chromium alloyfilms / A. P. Payne B. M. Clemens // *Rev. Adv. Mater. Sci.* –1992.
16. Harzer T. P. Nanostructure and mechanical behavior of metastable Cu–Cr thin films grown by molecular beam epitaxy / T. P. Harzer, S. Djaziri, R. Raghavan // *Structure and Nano-Micromechanics of Materials*.–2009.
17. Nix W. Mechanical properties of thin films/ W. Nix // *MTA* 20. –1989. – P.2217–2245.
18. Берлин Е. В. Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких пленок / Е. В. Берлин, С. А. Двинин., Л. А. Сейдман // М.:Техносфера, 2007. –176с.
19. Котенко И. Е. Концентрационно-фазовая неоднородность в вакуумных конденсатах сплава Cu-Mn-Sn / И. Е. Котенко, С. И. Сидоренко. – *Металлофизика*. –1986. -8, No 2. -С. 54-58.
20. Черепин В. Т. Методы и приборы для анализа поверхности материалов / В. Т. Черепин, М. А. Васильев.–К.: Наукова думка, 1982. –342 с.
21. Куницький Ю. А. Електронна мікроскопія / Ю. А. Куницький, Я. І. Купина. –К.:Либідь, - 1998. –390 с.
22. Вайншейн Б. К. Структурная электронография / Б. К. Вайншейн – Академия наук СССР, 1956. -342 с.

23. Синдо Д. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия / Д. Синдо, Т. Оикава.—М.: Техносфера, 2006. —256 с.
24. Приборы и методы физического материаловедения. Под ред. Ф. Вейнберга. Вып. 2.—М.: Мир, 1974.—364 с.
25. Батавин В. В. Контроль параметров полупроводниковых материалов и эпитаксиальных слоев / В. В. Батавин —Электроника. —1998 —№ 9. —С.6—14.
26. Коцур О. Пошаровий аналіз елементного складу твердих тіл методом вторинної іонної мас-спектрометрії / О. Коцур / Фізико-математична освіта. Науковий журнал. —Суми : СумДПУ ім. А. С. Макаренка, 2014. —№2 (3). —С. 17-26
27. Фелдман Л. Основы анализа поверхности и тонки пленок / Л. Фелдман, Д. Майер.—М.:Мир,1989. —342 с.
28. Малишева І. А. Технологія виробництв інтегральних мікросхем / І. А. Малишева —М.: Радіозв'язок, 2001
29. Гавриш О. А. Методичні вказівки до розробки економічної частини дипломних проектів і робіт освітньо-кваліфікаційного рівня —бакалавр для студентів за напрямками підготовки 6.0904 —Металургія та 6.0901 —Інженерне матеріалознавство / Уклад.: О. А. Гавриш, В. І. Кривда, С. В. Нараєвський. —К. : ІВЦ —Видавництво —Політехніка, 2010. —54 с
30. Тарасюк Г. М. Планування діяльності підприємства: навчальний посібник / Г. М. Тарасюк, Л. І. Шваб.—К. : Каравела, 2003. —432с.
31. Стемальщук А. М., Державне регулювання економіки / А. М. Стемальщук —Тернопіль: ТАНГ, 2000. —315 с.
32. Грищук М. В. Основы охорони праці / М.В. Грищук. —К.: Кондор, 2007. —240 с.
33. Гандзюк М. П. Основы охорони праці : Підручник. 5-е вид. / За ред. М.П. Гандзюка. —К.: Каравела, 2011. —384с.
34. Про охорону праці | від 14.10.1992 № 2694-ХІІ (Сторінка 1 з 2) [Електронний ресурс] — Режим доступу: <http://zakon2.rada.gov.ua/laws/show/2694-12>. — Дата доступу: 01.06.2018.



35. Справочник по охроне труда / К. Н. Ткачук, Д. Д. Іванчук, Р. В. Соборно, А. Г. Степанов. –Н. : Техника, 1991. –285 с.
36. Ткачук К. Н. Основи охорони праці: Підручник. 2-ге вид. / К. Н. Ткачук, М. О. Халімовський, В. В. Зацарний.–К. : Основа, 2006. –448 с.
37. Державні санітарні правила і норми роботи з візуальним терміналом електронно-обчислюваних машин ДСанПІН 3.3.2.007 –98.
38. Державні санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень : ДСН 3.3.6.042-99. –[Введено з 1.12.99] . –К. : 1999. –10 с.
39. Природне і штучне освітлення : (СНіП П-4-79) : ДБН В-2.5-28-2006. –(2006.10.011). –К. : Мінбуд України, 2006. –9 с.
40. Зацарний В. В. Основи охорони праці. Конспект лекцій / В. В. Зацарний. КПІ ім. Ігоря Сікорського. –2016. –74 с.
41. Санітарні норми виробничого шуму ультразвуку та інфразвуку: ДСН3.3.6.037-99.-К. : Держстандарти України, 2001. –34с.
42. Правила будови електроустановок. Електрообладнання спеціальних установок: НПАОП 40.1-1.32-01. -К. : Держстандарти України, 2001. –78с.
43. Пожежна безпека об'єктів будівництва: (СНіП 2.01.02-85) : ДБН В.1.1.7–2002. –[01.05.2003]. –К. : Держбуд України, 2003. –36 с.